

(12)特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004 年 7 月 22 日 (22.07.2004)

PCT

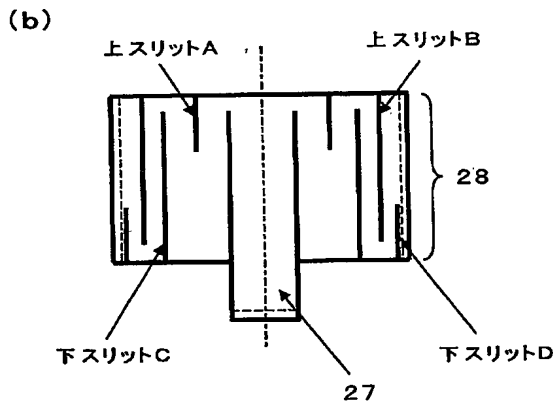
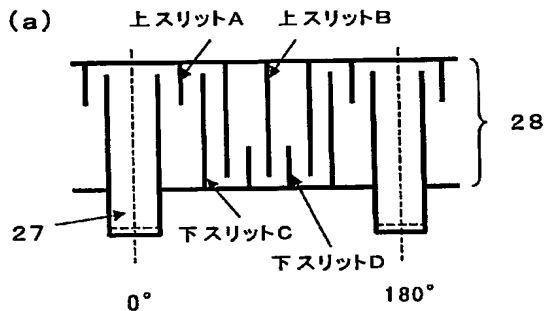
(10) 国際公開番号
WO 2004/061166 A1

- | | | |
|----------------|-------------------------------|---|
| (51) 国際特許分類: | C30B 15/14, 29/06 | (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo (JP). |
| (21) 国際出願番号: | PCT/JP2003/015655 | |
| (22) 国際出願日: | 2003 年 12 月 8 日 (08.12.2003) | |
| (25) 国際出願の言語: | 日本語 | (72) 発明者; および |
| (26) 国際公開の言語: | 日本語 | (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 櫻田 昌弘 (SAKURADA, Masahiro) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 布施川 泉 (FUSEGAWA, Izumi) [JP/JP]; 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平150番地 信越半導体株式会社 半導体白河研究所内 Fukushima (JP). 添田 聡 (SOETA, Satoshi) [JP/JP]; 〒915-8525 福井県武生市北府2丁目13番50号 信越半導体株式会社 武生工場内 Fukui (JP). 飯田 誠 (IIDA, Makoto) [JP/JP]; |
| (30) 優先権データ: | | |
| 特願 2002-382317 | 2002 年 12 月 27 日 (27.12.2002) | JP |
| 特願 2002-382307 | 2002 年 12 月 27 日 (27.12.2002) | JP |
| 特願 2002-382291 | 2002 年 12 月 27 日 (27.12.2002) | JP |
| 特願 2003-111694 | 2003 年 4 月 16 日 (16.04.2003) | JP |

[続葉有]

(54) Title: GRAPHITE HEATER FOR PRODUCING SINGLE CRYSTAL, SINGLE CRYSTAL PRODUCTIN SYSTEM AND SINGLE CRYSTAL PRODUCTIN METHOD

(54) 発明の名称: 単結晶製造用黒鉛ヒーター及び単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法



A, B...UPPER SLIT C, D...LOWER SLIT

(57) Abstract: A graphite heater for producing single crystal by Czochralski method provided with a terminal being supplied with a current and a tubular heat generating section employing resistive heating and being disposed to surround a crucible containing melting material liquid, characterized in that the heat generating section has a heat generating slit section arranged alternately with upper slits extending downward from the upper end thereof and lower slits extending upward from the lower end thereof, at least one upper slit has a length different from that of other upper slits and/or at least one lower slit has a length different from that of other lower slits so that distribution of heat generation at the heat generating section is altered. When a silicon single crystal is pulled up in a specified flawless region or a specified flaw region, the silicon single crystal can be produced with a high production efficiency.

(57) 要約: 本発明は、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チヨクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び/又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターである。これにより、所定無欠陥領域又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供することができる。



〒379-0196 群馬県 安中市 磯部 2 丁目 1 3 番 1 号 信
越半導体株式会社 半導体磯部研究所内 Gunma (JP).

(74) 代理人: 好宮 幹夫 (YOSHIMIYA, Mikio); 〒111-0041
東京都 台東区 元浅草 2 丁目 6 番 4 号 上野三生ビル
4 F Tokyo (JP).

(81) 指定国 (国内): KR, US.

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY,
CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC,
NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

添付公開書類:
— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される
各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語
のガイダンスノート」を参照。

明 細 書

単結晶製造用黒鉛ヒーター及び単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法

5 技術分野

本発明は、チョクラルスキー法によって単結晶を製造する際に用いる単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法に関し、特に単結晶の結晶欠陥を高精度に制御し且つその単結晶を生産効率良く製造するのに適した単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置並びに単結晶製造方法に関する。

背景技術

半導体デバイスの基板として用いられる単結晶は、例えばシリコン単結晶があり、主にチョクラルスキー法（C z o c h r a l s k i M e t h o d、以下C Z法と略称する）により製造されている。

C Z法により単結晶を製造する際には、例えば図19に示すような単結晶製造装置10を用いて製造される。この単結晶製造装置10は、例えばシリコンのような原料多結晶を収容して溶融するための部材や、熱を遮断するための断熱部材などを有しており、これらは、メインチャンバー11内に収容されている。メインチャンバー11の天井部からは上に伸びる引き上げチャンバー12が接続されており、この上部に単結晶13をワイヤー14で引上げる機構（不図示）が設けられている。

メインチャンバー11内には、溶融された原料融液15を収容する石英ルツボ16とその石英ルツボ16を支持する黒鉛ルツボ17が設けられ、これらのルツボ16、17は駆動機構（不図示）によって回転昇降自在にシャフト18で支持されている。このルツボ16、17の駆動機構は、単結晶13の引き上げに伴う原料融液15の液面低下を補償すべく、ルツボ16、17を液面低下分だけ上昇させるようにしている。

そして、ルツボ16、17を囲繞するように、原料を溶融させるための黒鉛ヒ

ーター 19 が配置されている。この黒鉛ヒーター 19 の外側には、黒鉛ヒーター 19 からの熱がメインチャンバー 11 に直接輻射されるのを防止するために、断熱部材 20 がその周囲を取り囲むように設けられている。

また、引き上げた単結晶を冷却する冷却筒 23 とその下部に黒鉛筒 24 が設けられ、これに上部より冷却ガスを下流して引き上げた単結晶を冷却できるようにしている。さらに、黒鉛筒 24 の内側下端に原料融液 15 と対向するように内側断熱筒 25 を設けて融液面からの輻射をカットするとともに結晶からの輻射熱を上方に逃がす構造とし、さらに黒鉛筒 24 の外側下端に原料融液 15 と対向するように外側断熱材 26 を設けて融液面からの輻射をカットするとともに原料融液表面を保温するようにしている。

尚、通常用いられる黒鉛ヒーター 19 を図 20 に示した。この黒鉛ヒーターの形状は、円筒形状であり、主に等方性黒鉛でできている。現在主流である直流方式では、端子部 27 を 2 本配し、その端子部 27 で黒鉛ヒーター 19 を支える構造になっている。黒鉛ヒーター 19 の発熱部 28 は、より効率的に発熱できるように、発熱部 28 の上端から下へ延びる上スリット 29 と、発熱部 28 の下端から上へ延びる下スリット 30 の 2 種類のスリット 29、30 が数箇所から数十箇所刻まれている。このような黒鉛ヒーター 19 は、発熱部 28 のうち、特に、上スリット 29 の下端と下スリット 30 の上端の間の部分である各発熱スリット部 31 から主に発熱する。

以上のような図 19 に示した単結晶製造装置内に配置された石英ルツボ 16 に原料塊を収容し、このルツボ 16 を、上記のような黒鉛ヒーター 19 により加熱し、石英ルツボ 16 内の原料塊を溶融させる。このように原料塊を溶融させたものである原料融液 15 に、ワイヤー 14 の下端に接続している種ホルダー 21 で固定された種結晶 22 を着液させ、その後、種結晶 22 を回転させながら引き上げることにより、種結晶 22 の下方に所望の直径と品質を有する単結晶 13 を育成する。この際、種結晶 22 を原料融液 15 に着液させた後に、直径を 3 mm 程度に一旦細くして絞り部を形成するいわゆる種絞り（ネッキング）を行い、次いで、所望の口径になるまで太らせて、無転位の結晶を引き上げている。

このような CZ 法によって製造される単結晶、例えばシリコン単結晶は、主と

して半導体デバイスの製造に用いられる。近年、半導体デバイスでは高集積化が進み、素子の微細化が進んでいる。素子の微細化が進むことで、結晶成長中に導入されるGrown-in結晶欠陥の問題がより重要となっている。

ここで、Grown-in結晶欠陥について説明する。

- 5 シリコン単結晶において、結晶成長速度が比較的高速の場合には、空孔型の点欠陥が集合したボイド起因とされているFPD (Flow Pattern Defect) 等のGrown-in欠陥が結晶径方向全域に高密度に存在し、これら欠陥が存在する領域はV (Vacancy) 領域と呼ばれている。また、成長速度を低めていくと成長速度の低下に伴いOSF (酸化誘起積層欠陥、Oxidation Induced Stacking Fault) 領域が結晶の周辺からリング状に発生し、このリングの外側に格子間シリコンが集合した転位ループ起因と考えられているLEP (Large Etch Pit) 等の欠陥が低密度に存在し、この欠陥が存在する領域はI (Interstitial) 領域と呼ばれている。さらに、成長速度を低速にすると、OSFリングがウェーハの中心に収縮して消滅し、全面がI領域となる。
- 10
- 15

近年、V領域とI領域の中間でOSFリングの外側に、空孔起因のFPD等も、格子間シリコン起因のLEP等も存在しない領域の存在が発見されている。この領域はN (ニュートラル、Neutral) 領域と呼ばれる。さらに、OSF領域の外側でN領域の一部にCuデポジション処理で検出される欠陥が存在する領域があることも発見されている。

20

これらのGrown-in欠陥は、引き上げ速度 (V) と単結晶の固液界面近傍の温度勾配 (G) の比である V/G というパラメーターにより、その導入量が決定されると考えられている (例えば、V. V. Voronkov, Journal of Crystal Growth, 59(1982), 625~643参照。)。すなわち、 V/G が一定になるように、引き上げ速度と温度勾配を調節すれば、所望の欠陥領域、あるいは所望の無欠陥領域で単結晶を引き上げることができる。しかしながら、例えば、N領域といった所定無欠陥領域に引き上げ速度を制御して単結晶を引き上げる場合、その

25

単結晶は低速育成となるため、生産性の大幅な低下による製造コストの上昇が免れなかった。そのため、この単結晶の製造コストを下げるために、より高速で単結晶を育成して生産性を上げることが望まれているが、これは、理論的には単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を大きくすることで達成できる。

- 5 従来、効果的な冷却体を備えたチャンバーおよびホットゾーン構造を用いて、さらにはヒーターからの輻射熱を効率的に遮断することで、引き上げ中の単結晶を冷却して単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を大きいものとし、高速成長を達成しようとする方法が提案されている（例えば、国際公開第97/21853号パンフレット参照。）。これらは、主としてルツボ内に収容された原料
- 10 融液の表面より上部の炉内構造を変更することにより行うものである。

- また、熱伝導輻射部材を黒鉛ルツボの下部に配置し、黒鉛ヒーターからの輻射熱を受けて熱伝導により熱を伝えルツボに向かって輻射熱を放出する方法によって、効率良く黒鉛ルツボを囲む黒鉛ヒーターの消費電力を下げ、全体の熱量を下げることにより引き上げ中のシリコン単結晶への輻射熱を低減して固液界面近
- 15 傍の温度勾配（G）を大きいものとし、高速成長を達成しようとする方法も提案されている（例えば、特開平12-53486号公報参照。）。

しかしこれらの方法だけでは、十分に単結晶の高速成長を達成したとは言い難くまだ改良の余地があった。

20 発明の開示

- 本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、例えば、OSF領域の外側に存在し、かつCuデポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つN領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、温度分布を高精度に制御して所望の品
- 25 質の結晶を得るとともに、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法を提供することを第1の目的とする。

また、本発明は、例えば、OSF領域の外側に存在し、かつCuデポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つN

領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合だけでなく、結晶径方向で酸素濃度の均一性を高めたシリコン単結晶を引き上げる場合にも、温度分布を高精度に制御して所望の品質の結晶を得るとともに、そのシリコン単結晶を高い生産効率で製造することを可能にする単結晶製造用黒鉛ヒーター及びそれを用いた単結晶製造装置ならびに単結晶製造方法を提供することを第2の目的とする。

本発明は、上記課題を解決するためになされたもので、本発明の第1の態様においては、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する。

このように、前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更することで、原料融液に所望の対流を起こすことができる。この対流の調節により、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を上昇させて結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなるように対流を起こせば、例えば、N領域のシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。また、このヒーターの発熱分布による対流の調節により、製造する単結晶中の酸素濃度を低酸素から高酸素まで幅広い濃度に調節でき、所望酸素濃度の単結晶を高精度で製造できる。

この場合、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることが好ましく、例えば、前記発熱分布の周期は、1周期が180°であることが好ましい。

このように、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものとすることで、原料融液内での対流を上下方向のみならず円周方向に促進することができる。

- 5 この場合、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものであることが好ましい。

- 10 このように、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものとするこ
とで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

この場合、前記他のスリットと長さが異なる上スリットを、2種類以上有するもの、及び／又は、前記他のスリットと長さが異なる下スリットを、2種類以上有するものであることが好ましい。

- 15 このように、上スリットを、2種類以上有するもの、及び／又は、下スリットを、2種類以上有するものとするこ
とで、発熱部の発熱分布を容易にかつ高精度で調節できる。

- 20 この場合、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものである
ことが好ましい。

このように、前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものである
ことで、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側及び／又は下側に、発熱スリット部を分布させることが簡単にできる。

- 25 尚、他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの10%程度以上の長さのものである
ことで、発熱効率を保持することができる。また、上スリット及び／又は下スリットは、発熱部の上端から下端の長さの90%程度以下の長さのものである
ことでヒーター本体の強度を維持できる。

さらに本発明は、少なくとも、上記単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し、また、該単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造する単結晶製造方法を提供する。

5 このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

さらに、本発明によれば、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛
10 ヒーターであって、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであり、かつ、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、前記発熱分布の周期がずれたものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターが提供される。

このように、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に
15 分布したものであり、かつ、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、前記発熱分布の周期がずれたものであることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進することができる。これにより、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配(G)が上昇して結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなり、例えば、N領域等の所望
20 の品質を有するシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。

この場合、前記発熱部の円周方向の周期的な発熱分布は、発熱スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を変更したものであることが好ましい。

このように、前記発熱部の円周方向の周期的な発熱分布は、発熱部スリット部
25 の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を円周方向で変更することで、容易に調整することができる。

この場合、前記発熱分布の周期は、1周期が180°であることが好ましい。

このように、発熱分布の周期は、1周期が180°であることで、原料融液内で円周方向に対流をより確実に促進することができる。

この場合、前記中心線の上側と下側の発熱分布の周期のずれが、 45° 以上 135° 以下の範囲であることが好ましい。

このように、前記発熱分布の周期は、上側と下側との周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものとする事で、ルツボ底から原料融液の表面方向へ縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

さらに本発明は、上記単結晶製造用ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し、また、その単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造する単結晶製造方法を提供する。

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

次に、本発明の第2の態様においては、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを圍繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットの長さは長短2種類のものからなり、前記下スリットの長さは長短2種類のものからなり、前記短い方の下スリットの本数が、前記短い方の上スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する。

このように、前記上スリットの長さは長短2種類のものからなり、前記下スリットの長さは長短2種類のものからなり、前記短い方の下スリットの本数が、前記短い方の上スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更することで、ヒーター自体が有する発熱分布によって原料融液にルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を起こすことができる。この縦方向の対流により、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配(G)を上昇させて結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなり、例えばN領域のシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。また、このヒーターの発熱分布による対流の調節によ

り、製造する単結晶中の酸素濃度を低酸素から高酸素まで幅広い濃度に調節でき、所望酸素濃度の単結晶を高精度で製造できる。

この場合、前記短い方の下スリットの本数が、前記短い方の上スリットの本数の2倍以上5倍以下の範囲であることが好ましい。

- 5 このように、前記短い方の下スリットの本数が、前記短い方の上スリットの本数の2倍以上5倍以下の範囲であることで、原料融液内でルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を適度に促進することができる上に、結晶内の固液界面近傍の温度勾配（G）を半径方向でほぼ均一にすることができる。従って、例えばN領域といった所定無欠陥領域の製造マージンを拡大することができ、安定してしかも高速で所定無欠陥領域の単結晶を製造することができる。

この場合、前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることが好ましく、例えば、前記発熱分布の周期は、1周期が 180° であることが好ましい。

- 15 このように、前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものとするすることで、原料融液内での対流を上下方向のみならず円周方向に促進することができる。

- 20 この場合、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものであることが好ましい。

- 25 このように、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものとするこ
とで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

この場合、前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることが好ましく、また、前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることが好ましい。

このように、前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることで、また、前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることで、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側及び下側に、発熱スリット部を分布させることが簡単にできる。

尚、短い方の上スリット及び下スリットは、発熱部の上端から下端の長さの10%程度以上の長さのものであることで、発熱効率を保持することができる。また長い方の上スリット及び下スリットは、発熱部の上端から下端の長さの90%程度以下の長さのものであることでヒーター本体の強度を維持できる。

10 さらに本発明は、少なくとも、上記単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し、また、該単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造する単結晶製造方法を提供する。

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

次に、本発明の第3の態様においては、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットの長さは、長短2種類のものからなり、前記長い方の上スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも広く、及び／又は、前記下スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも広いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する。

このように、前記上スリットの長さは、長短2種類のものからなり、前記長い方の上スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも広く、及び／又は、前記下スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも広いものとして前記発熱部の発熱分布を変更することで、ヒーター自体が有する発熱分布によって原料融液にルツボ底

の方から原料融液表面への縦方向の対流を起こすことができる。この縦方向の対流により、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を上昇させて結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなり、例えばN領域のシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。また、このヒーターの発熱分布による対流の調節により、製造する単結晶中の酸素濃度を低酸素から高酸素まで幅広い濃度に調節でき、所望酸素濃度の単結晶を高精度で製造できる。

この場合、前記長い方の上スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも1.5倍以上2.5倍以下の範囲で広いものであり、前記下スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも1.5倍以上2.5倍以下の範囲で広いものであることが好ましい。

このように、前記長い方の上スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも1.5倍以上2.5倍以下の範囲で広いものであり、前記下スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも1.5倍以上2.5倍以下の範囲で広いものであることで、発熱スリット部の発熱中心が、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の下側の方に位置させることができるため、ルツボ底あるいはルツボR部への集中加熱の効果により、原料融液内でのルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を確実に促進することができる。また、この範囲内であれば対流が適度であるために、結晶内の固液界面近傍の温度勾配（G）を半径方向でほぼ均一にすることができる。従って、例えばN領域といった所定無欠陥領域の製造マージンを拡大することができ、安定してしかも高速で所定無欠陥領域の単結晶を製造することができる。

この場合、前記短い方の上スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることが好ましく、また、前記長い方の上スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さのものであることが好ましい。

このように、前記短い方の上スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることで、また、前記長い方の上スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることで、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側及び下側に、発熱スリット部の発熱中心を分

布させることができる。

尚、短い方の上スリットは、発熱部の上端から下端の長さの10%程度以上の長さのものとすることで、発熱効率を保持することができる。また長い方の上スリットは、発熱部の上端から下端の長さの90%程度以下の長さのものとすることでヒーター本体の強度を維持できる。

この場合、前記2種類の上スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることが好ましく、例えば、前記発熱分布の周期は、1周期が180°であることが好ましい。

10 このように、前記2種類の上スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものとすることで、原料融液内での対流を上下方向のみならず円周方向に促進することができる。

15 さらに本発明は、少なくとも、上記単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し、また、該単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造する単結晶製造方法を提供する。

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ法により単結晶を製造すれば、高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

20 次に、本発明の第4の態様においては、少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部
25 を形成したものであり、かつ前記上スリット及び前記下スリットの長さは各々長短2種類のものからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーターを提供する。

このように、前記上スリット及び前記下スリットの長さは各々長短2種類のもの

のからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したヒーターは、ヒーター自体が有する発熱分布によって、原料融液にルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を起こすことができる。この縦方向の対流により、引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配（G）を上昇させて結晶成長界面が上凸形状に変化し易くなり、例えばN領域のシリコン単結晶の成長の高速化が達成できる。また、このヒーターの発熱分布による対流の調節により、製造する単結晶中の酸素濃度を低酸素から高酸素まで幅広い濃度に調節でき、所望酸素濃度の単結晶を高精度で製造できる。さらに、製造する単結晶の酸素濃度を結晶径方向で略均一化することも可能である。

この場合、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲であることが好ましい。

このように、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲であることで、製造する単結晶の酸素濃度を結晶径方向でより一層均一化することができる。また、原料融液内でルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を適度に促進することができる上に、結晶内の固液界面近傍の温度勾配（G）を半径方向でほぼ均一にすることもできる。従って、例えばN領域といった所定無欠陥領域の製造マージンを拡大することができ、安定してしかも高速で所定無欠陥領域の単結晶を製造することができる。

この場合、前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることが好ましく、例えば、前記発熱分布の周期は、1周期が180°であることが好ましい。

このように、前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものとすることで、原料融液内での対流を上下方向のみならず円周方向に促進することができる。

この場合、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で45°以上135°以下の範囲でずれたもので

あることが好ましい。

このように、前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものとする
ことで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に促進させることができる。

この場合、前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの 50% より短い長さのものであることが好ましく、前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの 70% 以上の長さであることが好ましい。

10 このように、前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの 50% より短い長さのものであることで、また、前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの 70% 以上の長さであることで、前記発熱部を高さ方向に上下に 2 分する中心線の上側及び下側に、発熱スリット部を分布させることが簡単にできる。

15 さらに本発明は、少なくとも、上記単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する単結晶製造装置を提供し、また、該単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造する単結晶製造方法を提供する。

このような本発明の単結晶製造用ヒーターを具備する結晶製造装置を用いて、CZ 法により単結晶を製造すれば、特に結晶欠陥がないとともに結晶径方向で酸素濃度の均一性が高い高品質の単結晶を生産性良く製造することができる。

20 以上説明したように、本発明によれば、第 1 に、例えば、OSF 領域の外側に存在し、かつ Cu デポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つ N 領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で供給することができる。

さらに、本発明によれば、第 2 に、例えば、OSF 領域の外側に存在し、かつ Cu デポジション処理により検出される欠陥領域が存在しない、高耐圧で優れた電気特性を持つ N 領域といった所定無欠陥領域、又は所定欠陥領域でシリコン単結晶を引き上げる場合に、そのシリコン単結晶を高い生産効率で供給することが

できる上に、製造したシリコン単結晶の酸素濃度を結晶径方向で略均一にすることができる。

図面の簡単な説明

5 図 1 は、本発明の黒鉛ヒーターの 1 例を示す概略図である。

(a) 展開図、 (b) 側面図。

図 2 は、図 1 の黒鉛ヒーターによりルツボを加熱した時の、ルツボ内の原料融液の温度分布を示した概念図である。

(a) 原料融液表層側の温度分布、

10 (b) 原料融液のルツボ底側の温度分布、

(c) 原料融液の全体の温度分布。

図 3 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布を示す説明図である。

(a) 実施例 1、 (b) 比較例 1。

15 図 4 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布の関係を調査して判明した、Cu デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域の成長速度に制御してシリコン単結晶を育成した時の単結晶の成長速度を、実施例 1 と比較例 1 で比較した比較図である ((a)、(b))。

図 5 は、本発明の黒鉛ヒーターの 1 例を示す概略図である。

(a) 展開図、 (b) 側面図。

20 図 6 は、図 5 の黒鉛ヒーターによりルツボを加熱した時の、ルツボ内の原料融液の温度分布を示した概念図である。

(a) 原料融液表層側の温度分布、

(b) 原料融液のルツボ底側の温度分布、

(c) 原料融液の全体の温度分布。

25 図 7 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布を示す説明図である。

(a) 実施例 2、 (b) 比較例 2。

図 8 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布の関係を調査して判明した、Cu デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域の成長速度に制御してシリコン単結晶を育成した時の単結晶の成長速度を、実施例 2 と比較例 2 で比較した

比較図である ((a)、(b))。

図 9 は、本発明の黒鉛ヒーターの 1 例を示す概略図である。

(a) 展開図、 (b) 側面図。

図 10 は、本発明の黒鉛ヒーターのスリットの拡大図である。

- 5 (a) 上スリット B 3 の下端の幅が、その上端の幅よりも広いもの、
(b) 下スリット C 3 の下端の幅が、その上端の幅よりも広いもの。

図 11 は、図 9 の黒鉛ヒーターによりルツボを加熱した時の、ルツボ内の原料融液の温度分布を示した概念図である。

- 10 (a) 原料融液表層側の温度分布、
(b) 原料融液のルツボ底側の温度分布、
(c) 原料融液の全体の温度分布。

図 12 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布を示す説明図である。

(a) 実施例 3、(b) 比較例 3。

- 15 図 13 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布の関係を調査して判明した、Cu
デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域の成長速度に制御してシリ
コン単結晶を育成した時の単結晶の成長速度を、実施例 3 と比較例 3 で比較し
た比較図である ((a)、(b))。

図 14 は、本発明の黒鉛ヒーターの 1 例を示す概略図である。

(a) 展開図、 (b) 側面図。

- 20 図 15 は、図 14 の黒鉛ヒーターによりルツボを加熱した時の、ルツボ内の原料融液の温度分布を示した概念図である。

(a) 原料融液表層側の温度分布、
(b) 原料融液のルツボ底側の温度分布、
(c) 原料融液の全体の温度分布。

- 25 図 16 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布を示す説明図である。

(a) 実施例 4、(b) 比較例 4。

図 17 は、単結晶の成長速度と結晶欠陥分布の関係を調査して判明した、Cu
デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域の成長速度に制御してシリ
コン単結晶を育成した時の単結晶の成長速度を、実施例 4 と比較例 4 で比較し

た比較図である ((a)、(b))。

図18は、酸素濃度の面内径方向の分布を示すグラフである。

図19は、単結晶製造装置の概略図である。

図20は、従来の黒鉛ヒーターの1例を示す概略図である。

5 (a) 展開図、 (b) 側面図。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明について説明する。

本発明者らは、CZ法によりシリコン単結晶を製造する場合につき、黒鉛ヒーターが石英ルツボを加熱した時に生じる原料融液の温度分布が引き起こす対流と、
10 引き上げ中のシリコン単結晶の固液界面近傍の温度勾配(G)との関係についてFEMAGやSTHAMAS-3D等のソフトウェアによるシミュレーション解析を行った。

ここで、FEMAGは、文献(F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990))に、またSTHAMAS-3Dは、文献(D. Vizman, O. Graebner, G. Mueller, Journal of Crystal Growth, 233, 687-698 (2001))に
15 開示されている総合伝熱解析ソフトである。

このシミュレーション解析の結果、本発明者らは、黒鉛ルツボの底の方から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにこの対流をヘリカルな方向に促進させることも温度勾配(G)の上昇に有効であることを見出した。

この縦方向の対流を促進させる手段として、通常の黒鉛ヒーターの他にルツボ
25 の底の方からルツボ中の原料融液を熱するためのボトムヒーターを設置する方法、あるいはルツボ中の原料融液を上下から熱するための上下2段の黒鉛ヒーターを設置する方法等が考えられる。しかし、これらの方法は、炉内設備が複雑化し、また消費電力が嵩むために、経済的メリットが期待できない。そこで、本発明者らは、ルツボを囲繞するように配置される黒鉛ヒーター単体で、ルツボの底の方

から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにその対流をヘリカルな方向に促進させることができれば生産性良く、かつ低コストで目標とする品質を有する単結晶を製造可能であることに想到し、本発明を完成した。

5 一方、原料融液の上下方向の温度分布は、製造される単結晶の品質に影響を与えることがある。特に、単結晶製造中に石英ルツボから原料融液内に溶出し、結晶内部に取り込まれる酸素は、該単結晶からウエーハを製造する際の熱処理工程において、ウエーハパルク内に酸素析出物を形成し、それがプロセス中に内方拡散する重金属元素のゲッターリングサイトと成り得るため、製造されるウエーハの品質にも大変重要な役割を果たしている。したがって、酸素析出物形成のソース
10 と成る酸素濃度を、結晶径方向で均一化した分布を有するものとする要求が、近年、デバイスの高性能化と共に厳しくなりつつある。

そこで本発明者らは、さらに、上下2箇所の発熱ピークのうち、上側ピークの発熱量が下側ピークの発熱量より大きくなるように設計すれば、結晶径方向の酸素濃度分布をより一層均一化できることを見出した。

15 以上のことから、本発明者らは、ルツボを囲繞するように配置される黒鉛ヒーター単体で、ルツボの底の方から原料融液の表面の方向へ縦方向の対流を促進させ、さらにその対流をヘリカルな方向に促進させた上、ヒーター上部への発熱量がルツボの底またはルツボR部への発熱量よりも大きいものとすることができれば、生産性良く、かつ低コストで目標とする品質を有する単結晶を製造可能であることに想到し、本発明を完成した。
20

以下、本発明の実施の形態について説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明の第1の態様においては、本発明の黒鉛ヒーターは、従来のように発熱部の発熱分布を円周方向に均一に分布させたものではなく、1個の黒鉛ヒーター
25 がルツボの上部あるいはルツボの底またはルツボR部にも発熱分布のピークを持たせるよう設計したものである。

図1に本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す。該黒鉛ヒーターは、端子部27からの電流の電流路が発熱部28で上下方向にジグザグ形状となるように、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット及び発熱部の下端から上へ延びる下スリッ

トを交互に設けている。そして、これらのスリットの寸法および配置を変更して発熱部の発熱分布を変更している。そのために、ここでは、4種類のスリットを設けている。すなわち、上スリットとして、上スリットAと、該上スリットAより長い上スリットBとの2種類のスリットを設け、また下スリットとして、下スリットCと、該下スリットCより短い下スリットDとの2種類のスリットを設けた。

この時、上スリットAと下スリットDについては、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さになるように設計するのが好ましい。これにより、上スリットAとそれに対応する下スリットCとが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側に位置させることができ、また、下スリットDとそれに対応する上スリットBが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の下側に位置させることができる。

さらに、各スリットは、円周方向に周期的に形成され、発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布しており、その1周期が 180° になるようにしている。また、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期を、円周方向で 90° ずらして、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、発熱分布が 90° ずれるようにしている。

尚、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものとするのが好ましく、この範囲内とすることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に確実に促進させることができる。

このような黒鉛ヒーターで加熱した時の、ルツボ内に收容された原料融液の温度分布を図2に示す。図2(a)に示すように、上スリットA及び下スリットCにより形成される発熱スリット部は、ルツボを真上から見た時に第1象限と第3象限にあたる部分で、かつ原料融液の表面付近を加熱する役割を果たしている。一方、図2(b)に示すように、上スリットB及び下スリットDにより形成される発熱スリット部は、第2象限と第4象限にあたる部分で、かつルツボ底あるいはルツボR部を加熱する役割を果たしている。従って、ルツボ内の原料融液は、

全体として図 2 (c) に示すような温度分布となる。

このような原料融液内の温度分布が、結果的に、原料融液内部の対流をルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ、さらにはヘリカルな方向へ促進させる。これにより、2 次的に発生する単結晶固液界面直下の対流が促進され、単結晶固液界面近傍の温度勾配 (G) を上昇させる。従って、単結晶固液界面の形状がより上凸形に変化し易く、OSF がより高速の成長速度領域で消滅し、例えば、N 領域の結晶を高速で引き上げることができる。

また、従来の黒鉛ヒーターは、発熱部が円周方向で均一な発熱分布を有したものであるもので、原料融液の対流を変化させることによる単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボと黒鉛ヒーターの高さ方向における相対的位置関係を変えることくらいしかできなかった。しかし、本発明では、黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布自体を、種々目的に応じて変更できるので、原料融液の対流も自在に変更でき、単結晶中の酸素濃度も自在に制御できる。

尚、発熱部の円周方向の周期的な分布は、上記のようにスリットの長さを変更することのみにより分布をもたせるだけでなく、発熱スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を変更することによっても分布をもたせることができる。

また、発熱部を高さ方向に上下に 2 分する中心線の上側と下側の発熱分布の周期のずれを、 45° 以上 135° 以下の範囲とするのが好ましい。この範囲であれば、ルツボ底あるいはルツボ R 部を加熱することで、原料融液内部でルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ生じた対流を、ヘリカルな方向へ促進するのに有効である。

さらに、本発明は、上記結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する結晶製造装置を提供し、また、その結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造する方法を提供する。本発明は、上記のような特性を有するヒーターを従来の炉内構造を有する単結晶製造装置にセットするだけで、例えば N 領域といった所望とする無欠陥領域、あるいは所望とする欠陥領域の単結晶を高速で引き上げて生産性を上げることができる。また、既存の装置の設計変更等が不要であるため、非常に簡単かつ安価に構成できる。

次に、本発明の第2の態様においては、本発明の黒鉛ヒーターは、従来のように発熱部の発熱分布を円周方向に均一に分布させたものではなく、1個の黒鉛ヒーターがルツボの上部あるいはルツボの底またはルツボR部にも発熱分布のピークを持つよう不均一な温度分布を有するように設計したものであり、さらに、ルツボの底またはルツボR部への発熱量がルツボの上部への発熱量よりも高くなるように設計したものである。

図5に本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す。該黒鉛ヒーターは、端子部27からの電流の電流路が発熱部28で上下方向にジグザグ形状となるように、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット及び発熱部の下端から上へ延びる下スリットを交互に設けている。そして、これらのスリットの寸法および配置を変更して発熱部の発熱分布を変更している。そのために、ここでは、4種類のスリットを設けている。すなわち、上スリットとして、上スリットA2と、該上スリットA2より長い上スリットB2との2種類のスリットを設け、また下スリットとして、下スリットC2と、該下スリットC2より短い下スリットD2との2種類のスリットを設けた。

さらに、下スリットD2の本数が、上スリットA2の本数よりも多くなるように設計した。この下スリットD2の本数は、上スリットA2の本数の2倍以上5倍以下の範囲になるように設計するのが好ましい。もし、2倍以上とすれば、ルツボ底またはルツボR部への加熱が強いためにルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を効果的に促進することができ、引き上げ中の単結晶の固液界面近傍の温度勾配(G)を高める効果を得られる。一方、5倍もあれば十分であり、これを超えると、ルツボ上部への加熱が弱いために固液界面近傍の温度勾配(G)を十分に高めることができないことがあり、また、ルツボ底またはルツボR部への加熱が強いために対流が大きくなりすぎて結晶内の固液界面近傍の温度勾配(G)が半径方向で不均一となり、単結晶の成長速度を安定的に制御できないことがある。

この時、上スリットA2と下スリットD2については、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さになるように設計するのが好ましく、また、上スリットB2及び下スリットC2は、黒鉛ヒーターの円筒状発

熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることが好ましい。これにより、上スリットA2とそれに対応する下スリットC2とが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側に位置させることができ、また、下スリットD2とそれに対応する上スリットB2が形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の下側に位置させることができる。

さらに、各スリットは、円周方向に周期的に形成され、発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布しており、その1周期が 180° になるようにしている。また、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期を、円周方向で 135° ずらして、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、発熱分布が 135° ずれるようにしている。

尚、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものとするのが好ましく、この範囲内とすることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に確実に促進させることができる。

このような黒鉛ヒーターで加熱した時のルツボ内に収容された原料融液の温度分布を図6に示す。図6(a)に示すように、上スリットA2及び下スリットC2により形成される発熱スリット部は、ルツボを真上から見た時に第1象限と第3象限にあたる部分の一部で、かつ原料融液の表面付近を加熱する役割を果たしている。一方、図6(b)に示すように、上スリットB2及び下スリットD2により形成される発熱スリット部は、第2象限と第4象限に当たる部分に第1象限と第3象限にあたる部分の一部を加えた部分で、かつルツボ底あるいはルツボR部を加熱する役割を果たしている。従って、ルツボ内の原料融液は、全体として図6(c)に示すような温度分布となる。

このような原料融液内の温度分布が、結果的に、原料融液内部の対流をルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ、さらにはヘリカルな方向へ促進させる。これにより、2次的に発生する単結晶固液界面直下の対流が促進され、単結晶固液界面近傍の温度勾配(G)を上昇させる。従って、単結晶固液界面の形状がより上凸形に変化し易く、OSFがより高速の成長速度領域で消滅し、例えば、N領域

の結晶を高速で引き上げることができる。

また、従来の黒鉛ヒーターは、発熱部が円周方向で均一な発熱分布を有したものである。原料融液の対流を変化させることによる単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボと黒鉛ヒーターの高さ方向における相対的位置関係を変えることく
5 らいしかできなかった。しかし、本発明では、黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布自体を、種々目的に応じて変更できるので、原料融液の対流も自在に変更でき、単結晶中の酸素濃度も自在に制御できる。

さらに、本発明は、上記結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する結晶製造装置を提供し、また、その結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造
10 する方法を提供する。本発明は、上記のような特性を有するヒーターを従来の炉内構造を有する単結晶製造装置にセットするだけで、例えばN領域といった所望とする無欠陥領域、あるいは所望とする欠陥領域の単結晶を高速で引き上げて生産性を上げることができる。また、既存の装置の設計変更等が不要であるため、非常に簡単かつ安価に構成できる。

15 次に、本発明の第3の態様においては、本発明の黒鉛ヒーターは、従来のように発熱部の発熱分布を円周方向に均一に分布させたものではなく、1個の黒鉛ヒーターがルツボの上部あるいはルツボの底またはルツボR部にも発熱分布のピークを持つよう不均一な温度分布を有するように設計したものである。

図9及び図10に本発明の黒鉛ヒーターの1例を示す。この黒鉛ヒーターは、
20 端子部27からの電流の電流路が発熱部28で上下方向にジグザグ形状となるように、発熱部28の上端から下へ延びる上スリット及び発熱部の下端から上へ延びる下スリットを交互に設けている。そして、これらのスリットの寸法および配置を変更して発熱部の発熱分布を変更している。そのために、ここでは、3種類のスリットを設けている。すなわち、上スリットとして、上スリットA3と、該
25 上スリットA3より長い上スリットB3との2種類のスリットを設け、また下スリットとして、下スリットC3を設けた。

さらに、上スリットB3の下端の幅が、その上端の幅よりも広く(図10(a)参照)、及び/又は、下スリットC3の下端の幅が、その上端の幅よりも広く(図10(b)参照)なるように設計している。この時、上スリットB3の下端の幅

は、その上端の幅よりも 1.5 倍以上 2.5 倍以下の範囲で広く、下スリット C 3 の下端の幅が、その上端の幅よりも 1.5 倍以上 2.5 倍以下の範囲で広くなるように設計するのが好ましい。1.5 倍以上とすれば、ルツボ底またはルツボ R 部への集中加熱効果により、原料融液内でのルツボ底の方から原料融液表面へ
5 の縦方向の対流を効果的に促進することができ、引き上げ中の単結晶の固液界面近傍の温度勾配 (G) を高める効果を得られる。一方、2.5 倍以下とすれば、隣り合うスリット間の間隔が十分にとられるため、黒鉛ヒーターの発熱量が適度であり、従って、ヒーターの黒鉛材が自身の発熱により劣化するのを防ぐことができ、黒鉛ヒーターの寿命を長くできる。また、この範囲内であれば対流が適度
10 であるために、結晶内の固液界面近傍の温度勾配 (G) を半径方向でほぼ均一にすることができる。従って、例えば N 領域といった所定無欠陥領域の製造マージンを拡大することができ、安定してしかも高速で所定無欠陥領域の単結晶を製造することができる。

この時、上スリット A 3 は、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの 50% より短い長さになるように設計するのが好ましく、また、上スリット B 3 は、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの 70% 以上の長さになるように設計するのが好ましい。これにより、上スリット A 3 とそれに対応する下スリット C 3 とが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に 2 分する中心線の上側に位置させることができ、また、上スリット B 3 とそれ
20 に対応する下スリット C 3 とが形成する発熱スリット部の発熱中心を、該発熱スリット部の下側の幅が上側と比較してより狭くなるために、発熱部を高さ方向に上下に 2 分する中心線の下側に位置させることができる。

さらに、各スリットは、円周方向に周期的に形成され、発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布しており、その 1 周期が 180° になるようにしている。また、この黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布が、発熱部を上下に 2 分する中心線の上側と下側とで、発熱分布が 90° ずれるようにしている。
25

このような黒鉛ヒーターで加熱した時の、ルツボ内に収容された原料融液の温度分布を図 11 に示す。図 11 (a) に示すように、上スリット A 3 及び下スリット C 3 により形成される発熱スリット部は、ルツボを真上から見た時に第 1 象

限と第3象限にあたる部分で、かつ原料融液の表面付近を加熱する役割を果たしている。一方、図11(b)に示すように、上スリットB3及び下スリットC3により形成される発熱スリット部の発熱中心は、第2象限と第4象限にあたる部分で、かつルツボ底あるいはルツボR部を加熱する役割を果たしている。従って、

5 ルツボ内の原料融液は、全体として図11(c)に示すような温度分布となる。

このような原料融液内の温度分布が、結果的に、原料融液内部の対流をルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ、さらにはヘリカルな方向へ促進させる。これにより、2次的に発生する単結晶固液界面直下の対流が促進され、単結晶固液界面近傍の温度勾配(G)を上昇させる。従って、単結晶固液界面の形状がより上

10 凸形に変化し易く、OSFがより高速の成長速度領域で消滅し、例えば、N領域の結晶を高速で引き上げることができる。

また、従来の黒鉛ヒーターは、発熱部が円周方向で均一な発熱分布を有したものである。原料融液の対流を変化させることによる単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボと黒鉛ヒーターの高さ方向における相対的位置関係を変えることく

15 らいしかできなかった。しかし、本発明では、黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布自体を、種々目的に応じて変更できるので、原料融液の対流も自在に変更でき、単結晶中の酸素濃度も自在に制御できる。

さらに、本発明は、上記結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する結晶製造装置を提供し、また、その結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造

20 する方法を提供する。本発明は、上記のような特性を有するヒーターを従来の炉内構造を有する単結晶製造装置にセットするだけで、例えばN領域といった所望無欠陥領域、あるいは所望欠陥領域の単結晶を高速で引き上げて生産性を上げることができる。また、既存の装置の設計変更等が不要であるため、非常に簡単かつ安価に構成できる。

次に、本発明の第4の態様においては、本発明の黒鉛ヒーターは、従来のように発熱部の発熱分布を円周方向に均一に分布させたものではなく、1個の黒鉛ヒーターがルツボの上部あるいはルツボの底またはルツボR部にも発熱分布のピークを持つよう不均一な温度分布を有するように設計したものであり、さらに、ルツボの上部への発熱量がルツボの底またはルツボR部への発熱量よりも高くなる

ように設計したものである。

図 1 4 に本発明の黒鉛ヒーターの 1 例を示す。該黒鉛ヒーターは、端子部 2 7 からの電流の電流路が発熱部 2 8 で上下方向にジグザグ形状となるように、発熱部 2 8 の上端から下へ延びる上スリット及び発熱部の下端から上へ延びる下スリットを交互に設けている。そして、これらのスリットの寸法および配置を変更して発熱部の発熱分布を変更している。そのために、ここでは、4 種類のスリットを設けている。すなわち、上スリットとして、上スリット A 4 と、該上スリット A 4 より長い上スリット B 4 との 2 種類のスリットを設け、また下スリットとして、下スリット C 4 と、該下スリット C 4 より短い下スリット D 4 との 2 種類のスリットを設けた。

さらに、上スリット A 4 の本数が、下スリット D 4 の本数よりも多くなるように設計した。この上スリット A 4 の本数は、下スリット D 4 の本数の 1.5 倍以上 5 倍以下の範囲になるように設計するのが好ましい。1.5 倍以上とすれば、製造する単結晶の結晶径方向の酸素濃度をより一層均一にすることができるため、この単結晶から製造されるウエーハは優れたゲッタリング能力を面内で均一に有するものとできる。また、ルツボ上部への加熱が十分に行われ、結晶内の固液界面近傍の温度勾配 (G) が半径方向で略均一にすることができる。一方、5 倍以下であれば、ルツボ下部への加熱も十分に行われ、ルツボ底の方から原料融液表面への縦方向の対流を効果的に促進することができ、引き上げ中の単結晶の固液界面近傍の温度勾配 (G) を高める効果を十分に得られる。

この時、上スリット A 4 と下スリット D 4 については、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの 50% より短い長さになるように設計するのが好ましく、また、上スリット B 4 及び下スリット C 4 は、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの 70% 以上の長さになるように設計するのが好ましい。これにより、上スリット A 4 とそれに対応する下スリット C 4 とが形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に 2 分する中心線の上側に位置させることができ、また、下スリット D 4 とそれに対応する上スリット B 4 が形成する発熱スリット部を、発熱部を高さ方向に上下に 2 分する中心線の下側に位置させることができる。

尚、上スリットA 4については、黒鉛ヒーターの円筒状発熱部の上端から下端の長さの20%~40%の範囲の長さになるように設計するのがより好ましい。これにより、結晶径方向の酸素濃度の均一性をより一層高めることができる。

さらに、各スリットは、円周方向に周期的に形成され、発熱部の発熱分布が、
5 円周方向に高温部と低温部が周期的に分布しており、その1周期が180°になるようにしている。また、例えば、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期を、円周方向で105°ずらして、発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、発熱分布が105°ずれるようにしている。

尚、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で45
10 °以上135°以下の範囲でずれたものとするのが好ましく、この範囲内とすることで、ルツボ底から原料融液の表面方向への縦方向の対流をさらにヘリカルな方向に確実に促進させることができる。

このような黒鉛ヒーターで加熱した時のルツボ内に収容された原料融液の温度分布を図15に示す。図15(a)に示すように、上スリットA 4及び下スリットC 4により形成される発熱スリット部は、ルツボを真上から見た時に第1象限から第2象限、第3象限から第4象限にあたる部分の一部で、かつ原料融液の表面付近を加熱する役割を果たしている。一方、図15(b)に示すように、上スリットB 4及び下スリットD 4により形成される発熱スリット部は、第1象限から第4象限、第2象限から第3象限に当たる部分の一部で、かつルツボ底あるいはルツボR部を加熱する役割を果たしている。従って、ルツボ内の原料融液は、
20 全体として図15(c)に示すような不均一な温度分布となっており、ルツボ上部への発熱量が、ルツボ下部への発熱量よりも大きくなっている。

このような原料融液内の温度分布が、結果的に、原料融液内部の対流をルツボ底から原料融液表面へと縦方向へ、さらにはヘリカルな方向へ促進させる。これ
25 により、2次的に発生する単結晶固液界面直下の対流が促進され、単結晶固液界面近傍の温度勾配(G)を上昇させる。従って、単結晶固液界面の形状がより上凸形に変化し易く、OSFがより高速の成長速度領域で消滅し、例えば、N領域の結晶を高速で引き上げることができる。

また、従来の黒鉛ヒーターは、発熱部が円周方向で均一な発熱分布を有したも

のであるので、原料融液の対流を変化させることによる単結晶中の酸素濃度の制御は、ルツボと黒鉛ヒーターの高さ方向における相対的位置関係を変えることくらいしかできなかった。しかし、本発明では、黒鉛ヒーターの発熱部の発熱分布自体を、種々目的に応じて変更できるので、原料融液の対流も自在に変更でき、

5 単結晶中の酸素濃度も自在に制御できる。

さらに、製造する単結晶を、酸素濃度が結晶径方向で均一性の高いものとすることができ、その単結晶から製造するウエーハは優れたゲッタリング能力の面内均一性を有するものとなる。

さらに、本発明は、上記結晶製造用黒鉛ヒーターを具備する結晶製造装置を提供し、また、その結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により単結晶を製造する方法を提供する。本発明は、上記のような特性を有するヒーターを従来の炉内構造を有する単結晶製造装置にセットするだけで、例えばN領域といった所望とする無欠陥領域、あるいは所望とする欠陥領域の単結晶で、かつ酸素濃度が結晶径方向で略均一である単結晶を高速で引き上げて生産性を上げることができる。

10 15 また、既存の装置の設計変更等が不要であるため、非常に簡単かつ安価に構成できる。

以下、本発明を実施例および比較例を挙げて具体的に説明する。

(実施例1)

20 図19に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径24インチ(600mm)の石英ルツボに、原料多結晶シリコン150Kgをチャージし、直径8インチ(200mm)、方位<100>のシリコン単結晶を引き上げた。単結晶を引き上げる際、成長速度を0.7mm/minから0.3mm/minの範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、酸素濃度が22~23ppma(ASTM'79)となるようにシリコン単結晶を製造した。

25

この際、黒鉛ヒーターは、図1に示したものをを用いた。すなわち、この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が600mmであり、上スリットAが4本、上スリットBが6本、下スリットCが8本、下スリットDが4本設けられている。上スリッ

トAと下スリットDは、それぞれ、長さ250mmであり、上スリットBと下スリットCは、それぞれ、長さ500mmである。

そして、このようにして製造したシリコン単結晶を、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

- 5 すなわち、結晶固化率約10%以上（本実施例の条件の場合、結晶直胴部が10cm以上）のところから、結晶軸方向10cm毎の長さのところではウェーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って、下記のように調査した。

(a) FPD（V領域）およびLEP（I領域）の調査：

30分間セコエッチング（無攪拌）の後、サンプル面内密度を測定した。

- 10 (b) OSF領域の調査：

Wet-O₂雰囲気中、1100℃で100分間熱処理後、サンプル面内密度を測定した。

(c) Cuデポジション処理による欠陥の調査：

処理方法は以下のとおりである。

- 15 1) 酸化膜 : 25nm 2) 電界強度 : 6MV/cm
3) 通電時間 : 5分間

その結果、各領域の分布状況は図3(a)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度 = 0.56mm/min。

- 20 OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0.55mm/min。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0.54mm/min。

- 25 Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0.52mm/min。

次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで0.53~0.52mm/minに制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図4(a)、(b))

参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し酸化膜耐圧特性の評価を行った。なお、Cモード測定条件は次のとおりである。

- 1) 酸化膜: 25 nm 2) 測定電極: リン・ドープ・ポリシリコン
- 3) 電極面積: 8 mm^2 4) 判定電流: 1 mA/cm^2

5 その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

(比較例1)

黒鉛ヒーターとして、図20に示したものをを用いた。この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が600mmであり、上スリットが10本、下スリットが12本設け
10 られている。上スリットは、全部長さ500mmであり、下スリットは、全部長さ500mmである。この黒鉛ヒーターを用いること以外は実施例1と同様の条件でシリコン単結晶を製造した。そして実施例1と同様に、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

15 その結果、各領域の分布状況は図3(b)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度 = 0.50 mm/min 。

OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0.48 mm/min 。

20 Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0.47 mm/min 。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0.45 mm/min 。

25 次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで $0.46 \sim 0.45 \text{ mm/min}$ に制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図4(a)、(b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し、実施例1と同様に酸化膜耐圧特性の評価を行った。

その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

図3は、実施例1と比較例1の、成長速度に対する各種欠陥の分布状況を示している。これによると、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の単結晶を育成する場合、比較例1では、成長速度を0.46~0.45 mm/minとして低速で育成する必要があるのに対して、実施例1では、成長速度を0.53~0.52 mm/minとして非常に高速で育成することができることが判る(図4参照)。従って、本発明の黒鉛ヒーターを用いた場合、生産性を向上でき、さらには製造コストを下げることもできる。

10 (実施例2)

図19に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径24インチ(600mm)の石英ルツボに、原料多結晶シリコン150Kgをチャージし、直径8インチ(200mm)、方位<100>のシリコン単結晶を引き上げた。単結晶を引き上げる際、成長速度を0.7mm/minから0.3mm/minの範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、酸素濃度が22~23ppma(ASTM'79)となるようにシリコン単結晶を製造した。

この際、黒鉛ヒーターは、図5に示したものをを用いた。すなわち、この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が500mmであり、上スリットA2が2本、上スリットB2が8本、下スリットC2が4本、下スリットD2が8本設けられている。上スリットA2と下スリットD2は、それぞれ、長さ200mmであり、上スリットB2と下スリットC2は、それぞれ、長さ400mmである。

そして、このようにして製造したシリコン単結晶を、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

25 すなわち、結晶固化率約10%以上(本実施例の条件の場合、結晶直胴部が10cm以上)のところから、結晶軸方向10cm毎の長さのところでウェーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って、下記のように調査した。

(a) FPD(V領域)およびLEP(I領域)の調査:

30分間セコエッチング(無攪拌)の後、サンプル面内密度を測定した。

(b) O S F 領域の調査 :

W e t - O ₂ 雰囲気中、1100℃で100分間熱処理後、サンプル面内密度を測定した。

(c) C u デポジション処理による欠陥の調査 :

5 処理方法は以下のとおりである。

1) 酸化膜 : 25 nm 2) 電界強度 : 6 MV / cm

3) 通電時間 : 5 分間

その結果、各領域の分布状況は図7(a)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

10 V 領域と O S F 領域との境界の成長速度 = 0.62 mm / min。

O S F 領域と C u デポジション処理により欠陥が検出された N 領域との境界の成長速度 = 0.61 mm / min。

C u デポジション処理により欠陥が検出された N 領域と C u デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域との境界の成長速度 = 0.60 mm / min。

15 n。

C u デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域と I 領域との境界の成長速度 = 0.58 mm / min。

次に、上記結果を踏まえて、C u デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域が狙えるように、成長速度を直胴 10 cm から直胴尾部まで 0.59

20 ~ 0.58 mm / min に制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図8(a)、(b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し酸化膜耐圧特性の評価を行った。なお、C モード測定条件は次のとおりである。

1) 酸化膜 : 25 nm 2) 測定電極 : リン・ドープ・ポリシリコン

3) 電極面積 : 8 mm² 4) 判定電流 : 1 mA / cm²

25 その結果、酸化膜耐圧レベルは 100% の良品率であった。

(比較例 2)

黒鉛ヒーターとして、図20に示したものをを用いた。この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が 500 mm であり、上スリットが 10 本、下スリットが 12 本設け

られている。上スリットは、全部長さ400mmであり、下スリットは、全部長さ400mmである。この黒鉛ヒーターを用いること以外は実施例2と同様の条件でシリコン単結晶を製造した。そして実施例2と同様に、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

- 5 その結果、各領域の分布状況は図7(b)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度=0.50mm/min。

OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度=0.48mm/min。

- 10 Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度=0.47mm/min。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度=0.45mm/min。

- 15 次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで0.46~0.45mm/minに制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図8(a)、(b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し、実施例2と同様に酸化膜耐圧特性の評価を行った。

- 20 その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

- 図7は、実施例2と比較例2の、成長速度に対する各種欠陥の分布状況を示している。これによると、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の単結晶を育成する場合、比較例2では、成長速度を0.46~0.45mm/minとして低速で育成する必要があるのに対して、実施例2では、成長速度を0.59~0.58mm/minとして非常に高速で育成することができることが判る(図7参照)。従って、本発明の黒鉛ヒーターを用いた場合、生産性を向上でき、さらには製造コストを下げることもできる。
- 25

(実施例 3)

図 19 に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径 24 インチ (600 mm) の石英ルツボに、原料多結晶シリコン 150 Kg をチャージし、直径 8 インチ (200 mm)、方位 $\langle 100 \rangle$ のシリコン単結晶を引き上げた。単結晶を引き上げる際、成長速度を 0.7 mm/min から 0.3 mm/min の範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、酸素濃度が 22 ~ 23 ppm (ASTM' 79) となるようにシリコン単結晶を製造した。

この際、黒鉛ヒーターは、図 9 に示したものをを用いた。すなわち、この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が 500 mm であり、上スリット A 3 が 6 本、上スリット B 3 が 4 本、下スリット C 3 が 12 本設けられている。上スリット A 3 は、長さ 200 mm であり、上スリット B 3 と下スリット C 3 は、それぞれ、長さ 400 mm である。さらに、上スリット A 3 と上スリット B 3 は、その上端から下端まで幅が均一になるように設計した。一方、図 10 (b) に示したように下スリット C 3 は、その下端の幅が、その上端の幅よりも広くなるように設計した。端子部側から 1 本目と 2 本目 (計 8 本) の下スリット C 3 の下端の幅が、上端の幅よりも 1.7 倍広くなるように設計しており、残り (計 4 本) の下スリット C 3 の下端の幅が、上端の幅よりも 2.0 倍広くなるように設計している。

そして、このようにして製造したシリコン単結晶を、OSF、FPD、LEP、および Cu デポジションについて調査した。

すなわち、結晶固化率約 10 % 以上 (本実施例の条件の場合、結晶直胴部が 10 cm 以上) のところから、結晶軸方向 10 cm 毎の長さのところではウェーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って、下記のように調査した。

(a) FPD (V 領域) および LEP (I 領域) の調査 :

30 分間セコエッチング (無攪拌) の後、サンプル面内密度を測定した。

(b) OSF 領域の調査 :

Wet-O₂ 雰囲気中、1100 °C で 100 分間熱処理後、サンプル面内密度を測定した。

(c) Cu デポジション処理による欠陥の調査 :

処理方法は以下のとおりである。

1) 酸化膜 : 25 nm 2) 電界強度 : 6 MV/cm

3) 通電時間 : 5 分間

その結果、各領域の分布状況は図 12 (a) に示す分布となった。すなわち、

5 各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V 領域と OSF 領域との境界の成長速度 = 0.63 mm/min。

OSF 領域と Cu デポジション処理により欠陥が検出された N 領域との境界の成長速度 = 0.62 mm/min。

10 Cu デポジション処理により欠陥が検出された N 領域と Cu デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域との境界の成長速度 = 0.61 mm/min。

Cu デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域と I 領域との境界の成長速度 = 0.59 mm/min。

15 次に、上記結果を踏まえて、Cu デポジション処理により欠陥が検出されなかった N 領域が狙えるように、成長速度を直胴 10 cm から直胴尾部まで 0.60 ~ 0.59 mm/min に制御し、シリコン単結晶を引き上げた (図 13 (a)、(b) 参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し酸化膜耐圧特性の評価を行った。なお、C モード測定条件は次のとおりである。

1) 酸化膜 : 25 nm 2) 測定電極 : リン・ドープ・ポリシリコン

20 3) 電極面積 : 8 mm² 4) 判定電流 : 1 mA/cm²

その結果、酸化膜耐圧レベルは 100 % の良品率であった。

(比較例 3)

25 黒鉛ヒーターとして、図 20 に示したものをを用いた。この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が 500 mm であり、上スリットが 10 本、下スリットが 12 本設けられている。上スリットは、全部長さ 400 mm であり、その上端から下端まで幅が均一になるように設計した。また、下スリットは、全部長さ 400 mm であり、その上端から下端まで幅が均一になるように設計した。この黒鉛ヒーターを用いること以外は実施例 3 と同様の条件でシリコン単結晶を製造した。そして実

実施例 3 と同様に、OSF、FPD、LEP、およびCuデポジションについて調査した。

その結果、各領域の分布状況は図 12 (b) に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

5 V領域とOSF領域との境界の成長速度 = 0.50 mm/min 。

OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0.48 mm/min 。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0.47 mm/min 。

10 n。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0.45 mm/min 。

次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで $0.46 \sim 0.45 \text{ mm/min}$ に制御し、シリコン単結晶を引き上げた (図 13 (a)、
15 (b) 参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウェーハに加工し、実施例 3 と同様に酸化膜耐圧特性の評価を行った。

その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

20 図 12 は、実施例 3 と比較例 3 の、成長速度に対する各種欠陥の分布状況を示している。これによると、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の単結晶を育成する場合、比較例 3 では、成長速度を $0.46 \sim 0.45 \text{ mm/min}$ として低速で育成する必要があるのに対して、実施例 3 では、成長速度を $0.60 \sim 0.59 \text{ mm/min}$ として非常に高速で育成することができ
25 ることが判る (図 13 参照)。従って、本発明の黒鉛ヒーターを用いた場合、生産性を向上でき、さらには製造コストを下げるができる。

(実施例 4)

図 19 に示した単結晶製造装置を用いてシリコン単結晶を製造した。直径 24

インチ (600 mm) の石英ルツボに、原料多結晶シリコン 150 Kg をチャージし、直径 8 インチ (200 mm)、方位 $\langle 100 \rangle$ のシリコン単結晶を、結晶の中心部で 4000 G の横磁場を印加しながら引き上げた。単結晶を引き上げる際、成長速度を 0.7 mm/min から 0.3 mm/min の範囲で結晶頭部から尾部にかけて漸減させるよう制御した。また、酸素濃度が 22~23 ppm (ASTM' 79) となるようにシリコン単結晶を製造した。

この際、黒鉛ヒーターは、図 14 に示したものをを用いた。すなわち、この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が 500 mm であり、上スリット A 4 が 6 本、上スリット B 4 が 4 本、下スリット C 4 が 8 本、下スリット D 4 が 4 本設けられている (上スリット A 4 の本数 / 下スリット D 4 の本数 = 1.5)。上スリット A 4 と下スリット D 4 は、それぞれ、長さ 200 mm であり、上スリット B 4 と下スリット C 4 は、それぞれ、長さ 400 mm である。

そして、このようにして製造したシリコン単結晶を、OSF、FPD、LEP、および Cu デポジションについて調査した。

すなわち、結晶固化率約 10% 以上 (本実施例の条件の場合、結晶直胴部が 10 cm 以上) のところから、結晶軸方向 10 cm 毎の長さのところではウェーハを切り出した後、平面研削及び研磨を行って、下記のように調査した。

(a) FPD (V 領域) および LEP (I 領域) の調査：

30 分間セコエッチング (無攪拌) の後、サンプル面内密度を測定した。

(b) OSF 領域の調査：

Wet-O₂ 雰囲気中、1100℃ で 100 分間熱処理後、サンプル面内密度を測定した。

(c) Cu デポジション処理による欠陥の調査：

処理方法は以下のとおりである。

1) 酸化膜 : 25 nm 2) 電界強度 : 6 MV/cm

3) 通電時間 : 5 分間

その結果、各領域の分布状況は図 16 (a) に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V 領域と OSF 領域との境界の成長速度 = 0.54 mm/min。

OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0.53 mm/min 。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0.52 mm/min 。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0.50 mm/min 。

次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで $0.52 \sim 0.50 \text{ mm/min}$ に制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図17(a)、(b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し酸化膜耐圧特性の評価を行った。なお、Cモード測定条件は次のとおりである。

- 1) 酸化膜: 25 nm
- 2) 測定電極: リン・ドープ・ポリシリコン
- 3) 電極面積: 8 mm^2
- 4) 判定電流: 1 mA/cm^2

その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

次に、上記酸化膜耐圧特性の評価で用いたのと同じ方法で作製したウエーハを用いて、面内径方向の酸素濃度分布評価を行った。具体的には、酸素濃度の測定方法としてFT-IR(フーリエ変換赤外分光分析)法を用い、ウエーハ両端から5mm地点同士を結び、かつウエーハ面の中心を通る直線上で、合計21点を測定点として、酸素濃度の測定を行った。その結果を図18に示す。

図18から、本発明のヒーターを用いた場合、製造する単結晶の酸素濃度を、面内径方向で略均一にできることが判る。

(比較例4)

黒鉛ヒーターとして、図20に示したものをを用いた。この黒鉛ヒーターは、発熱部の全長が500mmであり、上スリットが10本、下スリットが12本設けられている。上スリットは、全部長さ400mmであり、下スリットは、全部長さ400mmである。この黒鉛ヒーターを用いること以外は実施例4と同様の条件でシリコン単結晶を製造した。そして実施例4と同様に、OSF、FPD、L

EP、およびCuデポジションについて調査した。

その結果、各領域の分布状況は図16(b)に示す分布となった。すなわち、各領域の境界の成長速度は、次のようになった。

V領域とOSF領域との境界の成長速度 = 0.50 mm/min 。

- 5 OSF領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域との境界の成長速度 = 0.49 mm/min 。

Cuデポジション処理により欠陥が検出されたN領域とCuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域との境界の成長速度 = 0.48 mm/min 。

- 10 Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域とI領域との境界の成長速度 = 0.46 mm/min 。

次に、上記結果を踏まえて、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域が狙えるように、成長速度を直胴10cmから直胴尾部まで $0.48 \sim 0.46 \text{ mm/min}$ に制御し、シリコン単結晶を引き上げた(図17(a)、

- 15 (b)参照)。この引き上げたシリコン単結晶から鏡面仕上げのウエーハに加工し、実施例4と同様に酸化膜耐圧特性の評価を行った。

その結果、酸化膜耐圧レベルは100%の良品率であった。

次に、上記酸化膜耐圧特性の評価で用いたのと同じ方法で作製したウエーハを用いて、実施例4と同様の方法で面内径方向の酸素濃度分布評価を行った。その

- 20 結果を図18に示す。

図18から、従来のヒーターを用いた場合、製造する単結晶の酸素濃度が、実施例4と比較して、面内径方向で大きく変化して分布することが判る。

- 25 図16は、実施例4と比較例4の、成長速度に対する各種欠陥の分布状況を示している。これによると、Cuデポジション処理により欠陥が検出されなかったN領域の単結晶を育成する場合、比較例4では、成長速度を $0.48 \sim 0.46 \text{ mm/min}$ として低速で育成する必要があるのに対して、実施例4では、成長速度を $0.52 \sim 0.50 \text{ mm/min}$ として非常に高速で育成することが判る(図16参照)。

従って、本発明の黒鉛ヒーターを用いた場合、製造する単結晶の酸素濃度を結晶径方向で略均一にできる上に、生産性を向上でき、さらには製造コストを下げることができる。

- 5 尚、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

- 10 例えば、本発明の実施例 1 ～ 3 では、シリコン単結晶の引き上げ時に磁場を印加しない通常の CZ 法について例を挙げて説明したが、本発明はこれに限定されず、磁場を印加する MCZ 法にも適用できる。

また、上記実施例 4 では、シリコン単結晶の引き上げ時に結晶の中心部で 4 0 0 0 G の横磁場を印加した MCZ 法について例を挙げて説明したが、本発明はこれに限定されず、磁場を印加しない CZ 法にも適用できる。

- 15 また、上記実施例 1 ～ 4 では、製造するシリコン単結晶の直径が 8 インチ（2 0 0 m m）の場合について例を挙げて説明したが、本発明はこれに限定されず、如何なる口径の結晶を製造する場合であろうと、また如何なるサイズの単結晶製造装置を用いる場合であろうと適用できる。

請 求 の 範 囲

1. 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョコレート法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、
5 前記発熱部は、その上端から下へ延びる上スリットと、その下端から上へ延びる下スリットが交互に設けられて発熱スリット部を形成したものであり、かつ前記上スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の上スリットと異なり、及び／又は、前記下スリットのうち少なくとも1つのスリットの長さが他の下スリットと異なるものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

2. 前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることを特徴とする請求項1に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

3. 前記発熱分布の周期は、1周期が 180° であることを特徴とする請求項2に記載の結晶製造用黒鉛ヒーター。

4. 前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものであることを特徴とする請求項2又は請求項3に記載の結晶製造用黒鉛ヒーター。

5. 前記他のスリットと長さが異なる上スリットを、2種類以上有するもの、及び／又は、前記他のスリットと長さが異なる下スリットを、2種類以上有するものであることを特徴とする請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

6. 前記他のスリットと長さが異なる上スリット及び／又は下スリットは、前記円筒状発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることを特徴とする請求項1乃至請求項5のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

5

7. 少なくとも、請求項1乃至請求項6のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

8. 請求項7に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶
10 を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

9. 少なくとも、電流が供給される端子部と、抵抗加熱による円筒状発熱部とが設けられ、原料融液を収容するルツボを囲繞するように配置される、チョクラルスキー法により単結晶を製造する場合に用いられる黒鉛ヒーターであって、
15 前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであり、かつ、前記発熱部を高さ方向に上下に2分する中心線の上側と下側とで、前記発熱分布の周期がずれたものであることを特徴とする単結晶製造用黒鉛ヒーター。

20 10. 前記発熱部の円周方向の周期的な発熱分布は、発熱スリット部の肉厚、発熱スリット部の幅、スリットの長さ、発熱スリット部の材質のうちいずれか一つ以上を変更したものとして分布をもたせたものであることを特徴とする請求項9に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

25 11. 前記発熱分布の周期は、1周期が180°であることを特徴とする請求項9又は請求項10に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

12. 前記中心線の上側と下側の発熱分布の周期のずれが、45°以上135°以下の範囲であることを特徴とする請求項9乃至請求項11のいずれか1項に記

載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

13. 少なくとも、請求項9乃至請求項12のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

5

14. 請求項13に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

10 15. 前記黒鉛ヒーターであって、前記上スリットの長さは長短2種類のものからなり、前記下スリットの長さは長短2種類のものからなり、前記短い方の下スリットの本数が、前記短い方の上スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする請求項1記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

15 16. 前記短い方の下スリットの本数が、前記短い方の上スリットの本数の2倍以上5倍以下の範囲であることを特徴とする請求項15に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

20 17. 前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることを特徴とする請求項15又は請求項16記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

25 18. 前記発熱分布の周期は、1周期が 180° であることを特徴とする請求項17に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

19. 前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものであることを特徴とする請求項17又は請求項18に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

20. 前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることを特徴とする請求項15乃至請求項19のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

5

21. 前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さであることを特徴とする請求項15乃至請求項20のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

10 22. 少なくとも、請求項15乃至請求項21のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

23. 請求項22に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

15

24. 前記黒鉛ヒーターであって、前記上スリットの長さは、長短2種類のものからなり、前記長い方の上スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも広く、及び／又は、前記下スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも広いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする請求項1記載の単

20 結晶製造用黒鉛ヒーター。

25. 前記長い方の上スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも1.5倍以上2.5倍以下の範囲で広いものであり、前記下スリットの下端の幅が、その上端の幅よりも1.5倍以上2.5倍以下の範囲で広いものであることを特徴とする請求項24に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

25

26. 前記短い方の上スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの50%より短い長さのものであることを特徴とする請求項24又は請求項25に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

27. 前記長い方の上スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの70%以上の長さのものであることを特徴とする請求項24乃至請求項26のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

5

28. 前記2種類の上スリットが、円周方向に周期的に形成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることを特徴とする請求項24乃至請求項27のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

10

29. 前記発熱分布の周期は、1周期が180°であることを特徴とする請求項28に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

15

30. 少なくとも、請求項24乃至請求項29のいずれか1項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

31. 請求項30に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

20

32. 前記黒鉛ヒーターであって、前記上スリット及び前記下スリットの長さは各々長短2種類のものからなり、前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数よりも多いものとして前記発熱部の発熱分布を変更したものであることを特徴とする請求項1に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

25

33. 前記短い方の上スリットの本数が、前記短い方の下スリットの本数の1.5倍以上5倍以下の範囲であることを特徴とする請求項32に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

34. 前記2種類の上スリット及び下スリットが、円周方向に周期的に形

成され、前記発熱部の発熱分布が、円周方向に高温部と低温部が周期的に分布したものであることを特徴とする請求項 3 2 または請求項 3 3 に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

- 5 3 5. 前記発熱分布の周期は、1 周期が 180° であることを特徴とする請求項 3 4 に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

- 3 6. 前記発熱分布の周期は、上スリットに基づく周期と下スリットに基づく周期が、円周方向で 45° 以上 135° 以下の範囲でずれたものである
10 ことを特徴とする請求項 3 4 または請求項 3 5 に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

- 3 7. 前記短い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの 50% より短い長さのものであることを特徴とする請求項 3 2 ないし請求項 3 6 のいずれか 1 項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。
15

- 3 8. 前記長い方の上スリット及び下スリットは、前記発熱部の上端から下端の長さの 70% 以上の長さであることを特徴とする請求項 3 2 ないし請求項 3 7 のいずれか 1 項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーター。

20

- 3 9. 少なくとも、請求項 3 2 ないし請求項 3 8 のいずれか 1 項に記載の単結晶製造用黒鉛ヒーターを具備することを特徴とする単結晶製造装置。

- 4 0. 請求項 3 9 に記載の単結晶製造装置を用いてチョクラルスキー法により
25 結晶を製造することを特徴とする単結晶製造方法。

1 / 2 0

図 1

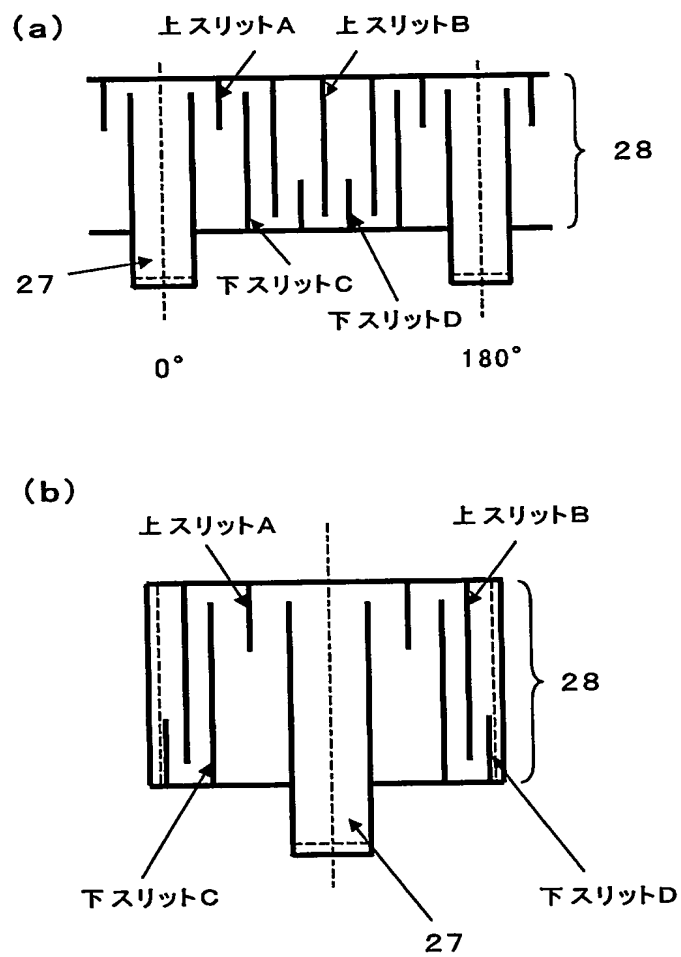


図 2

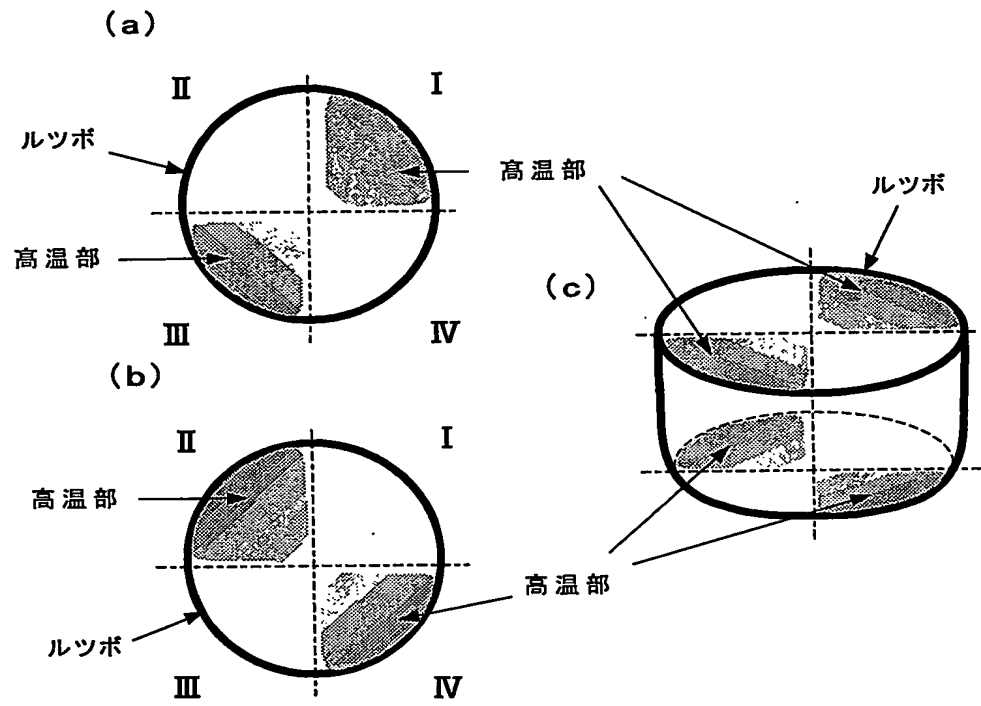


図 3

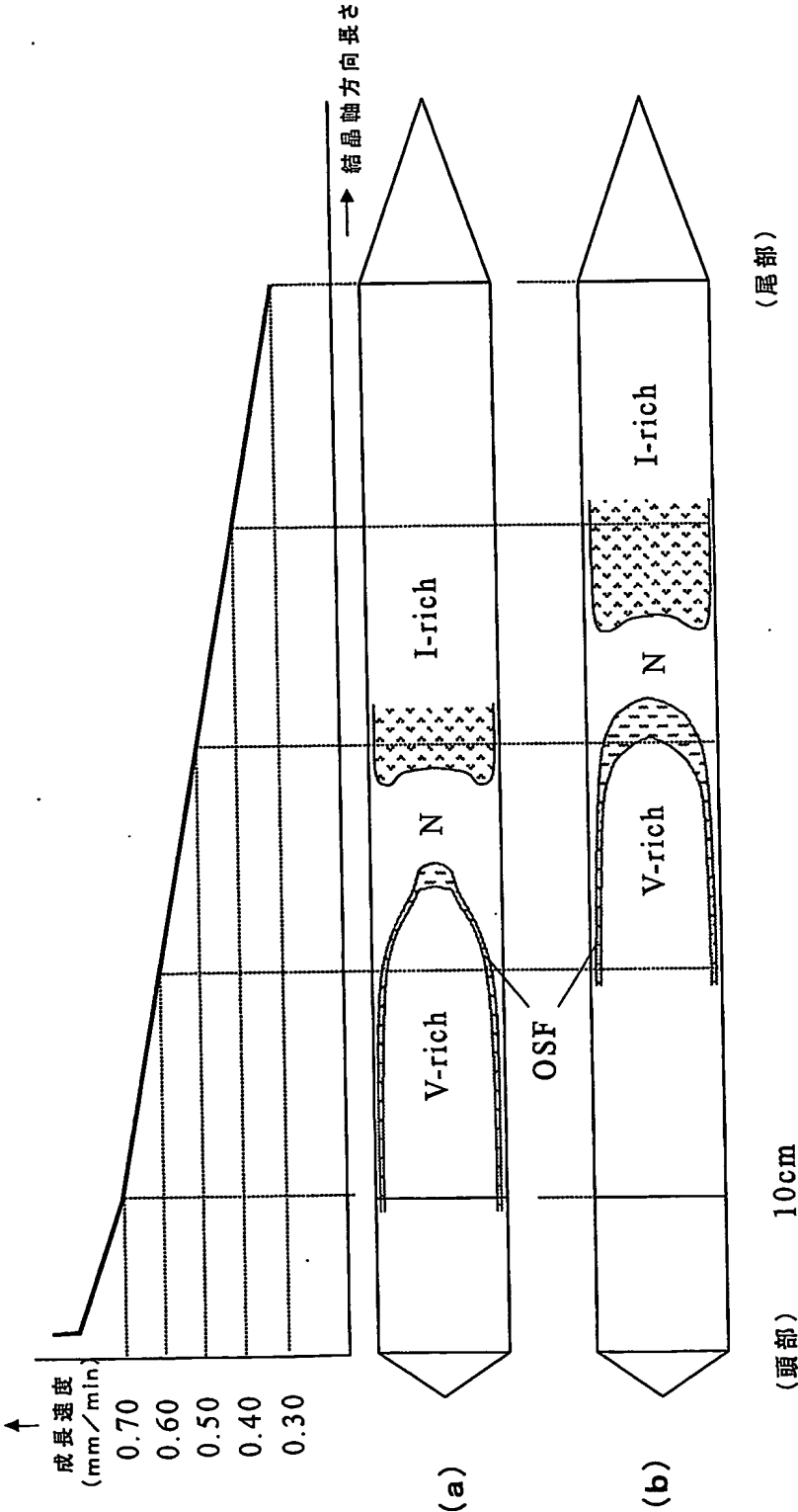
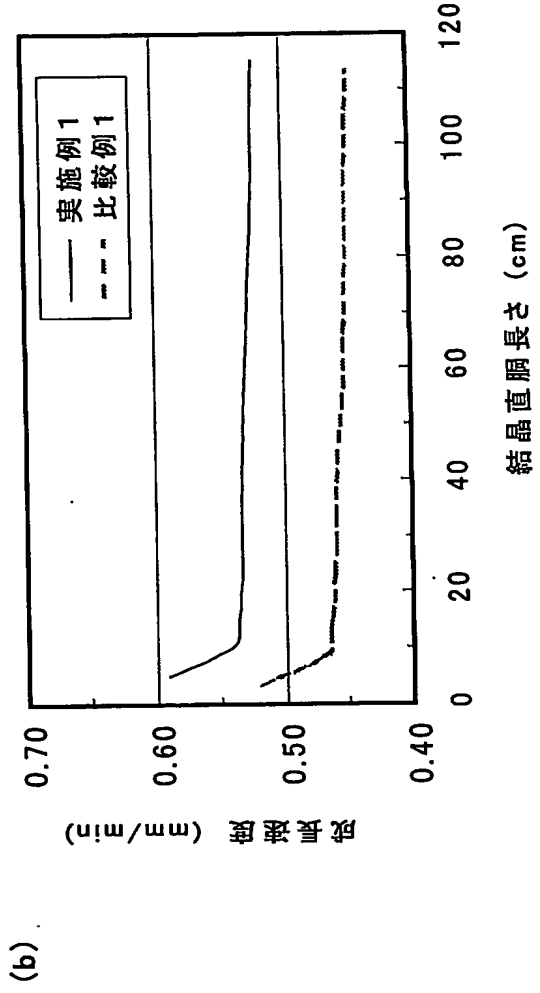
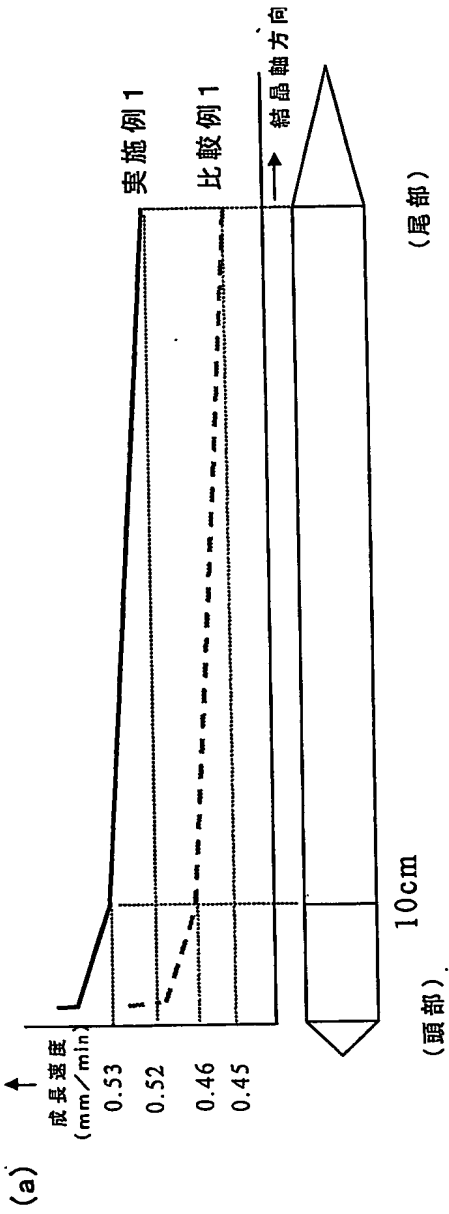


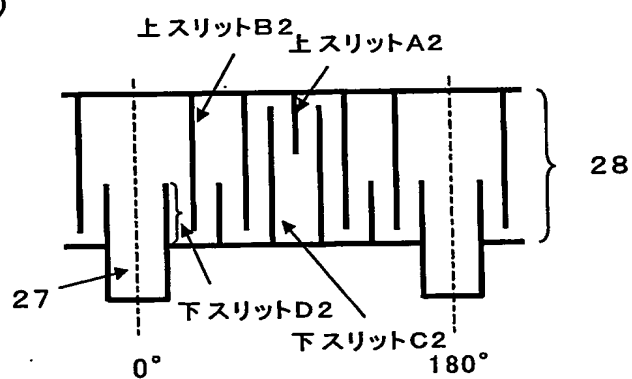
図 4



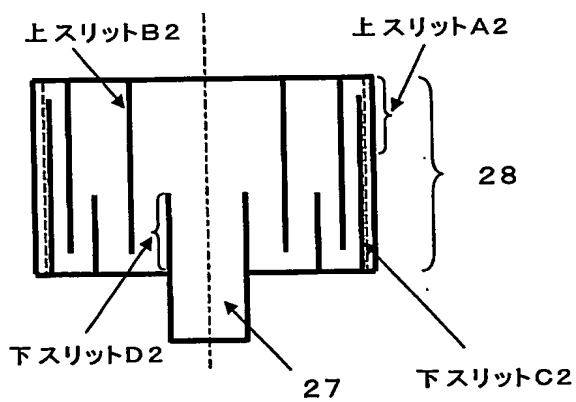
5 / 20

図 5

(a)

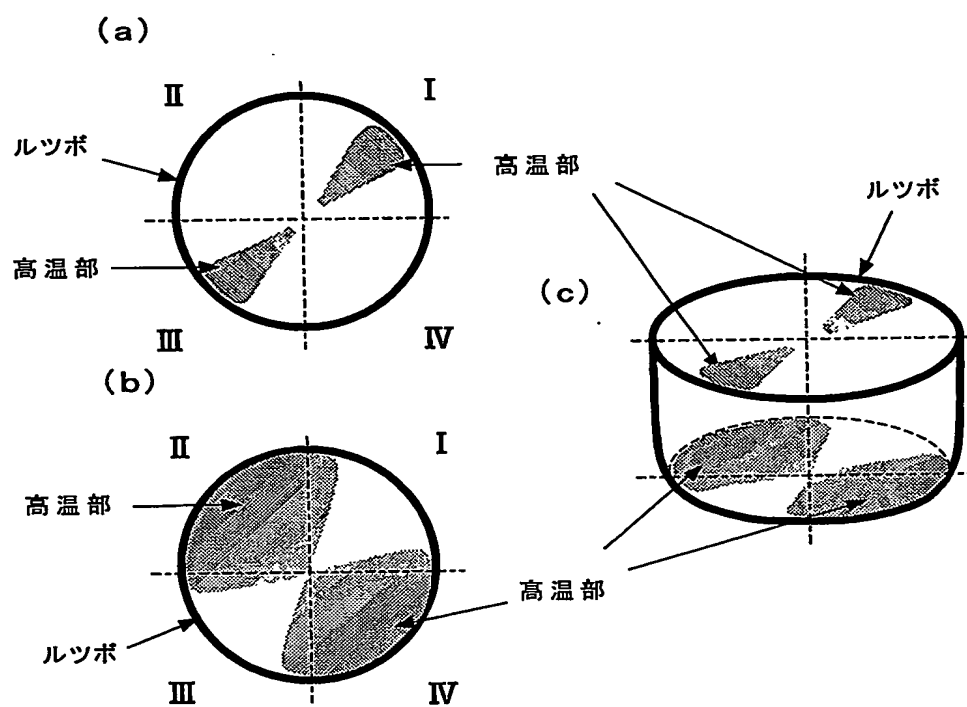


(b)



6 / 20

図 6



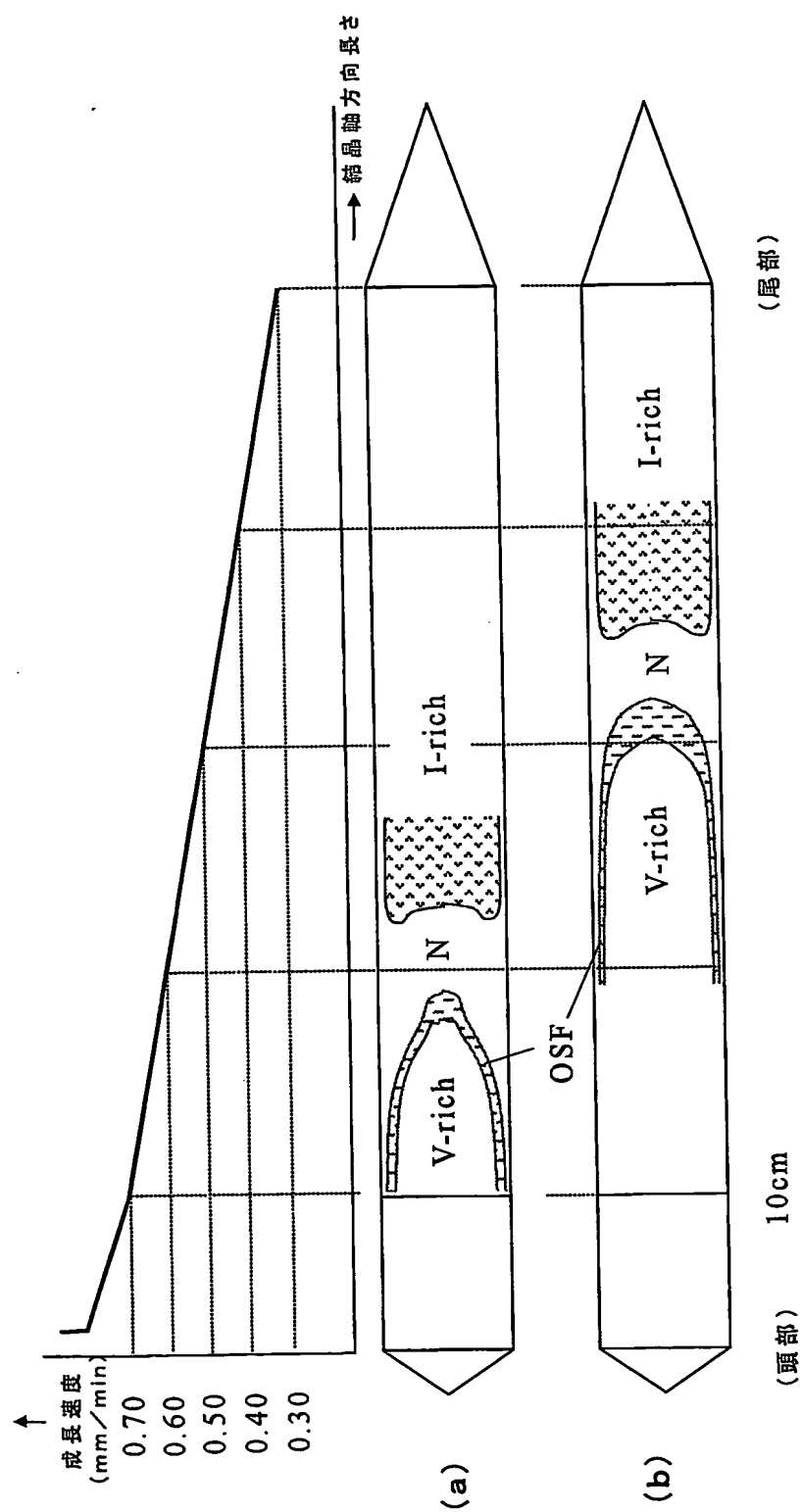
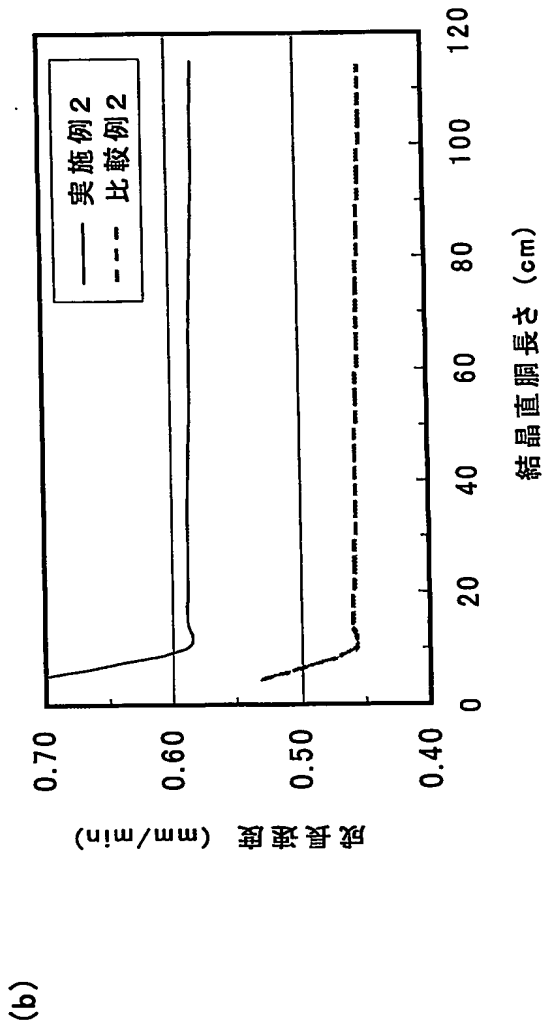
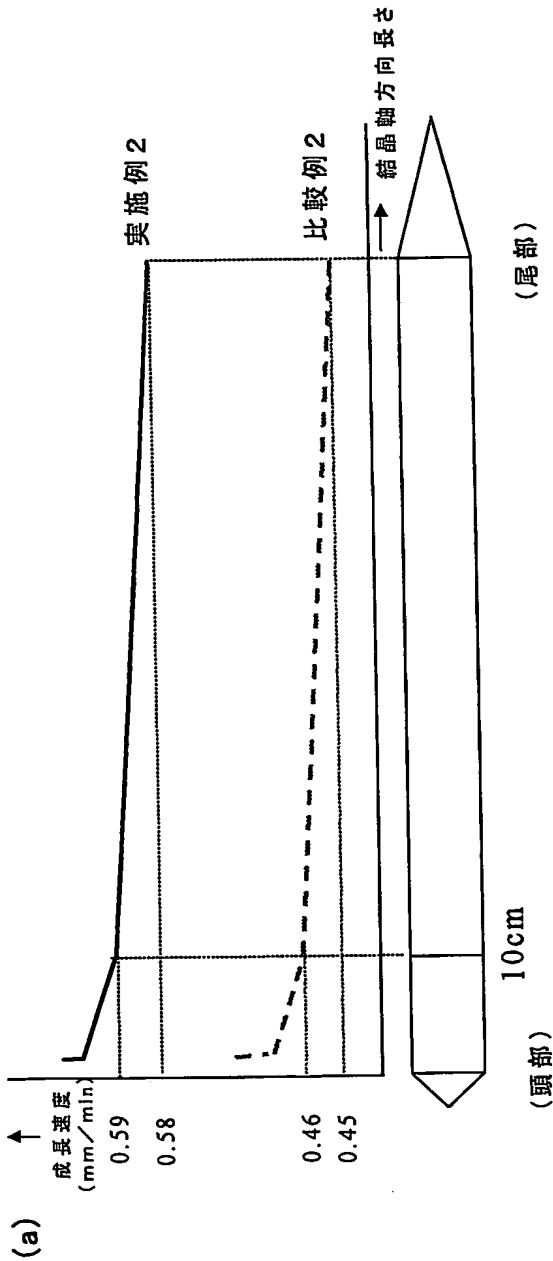
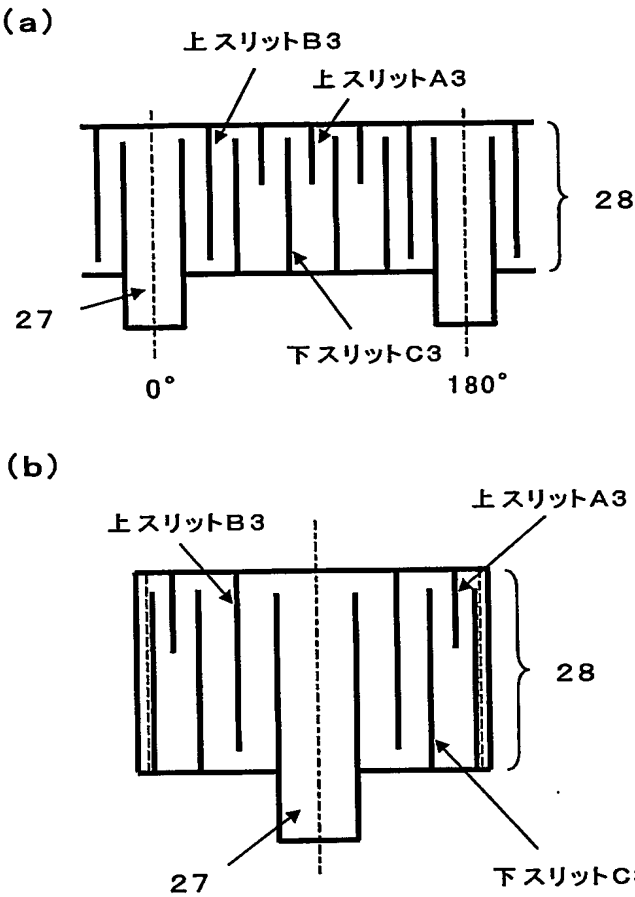
7
✕

図 8



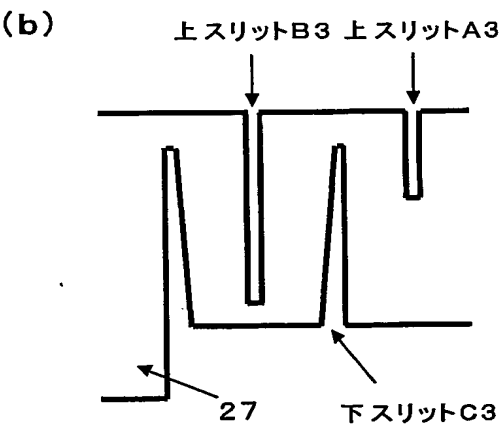
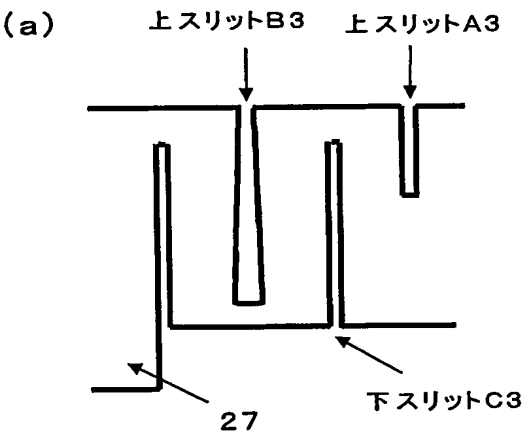
9 / 2 0

図 9



1 0 / 2 0

図 1 0



1 1 / 2 0

図 1 1

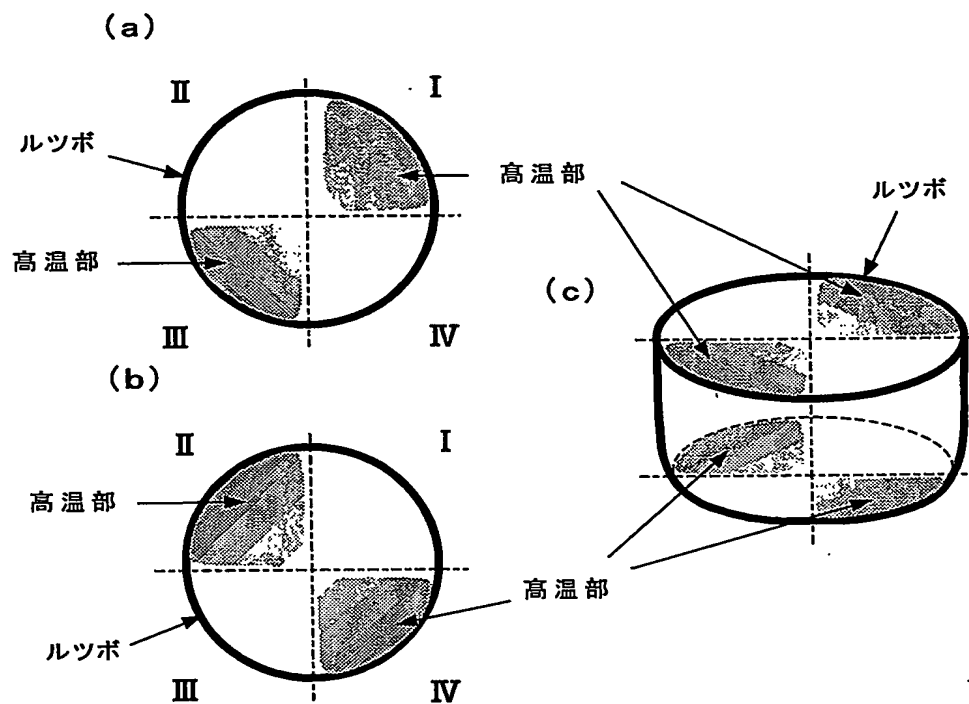


図 1 2

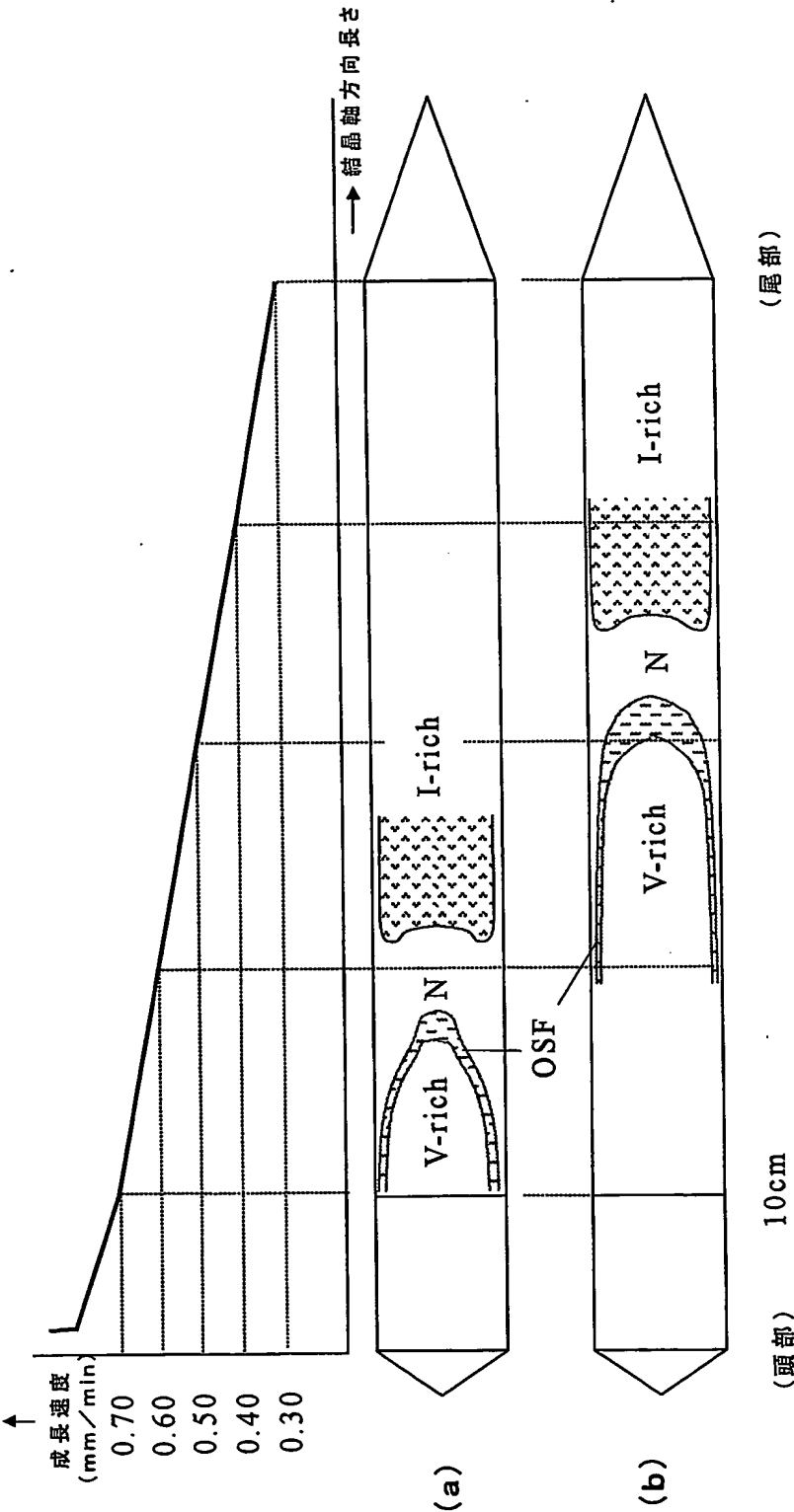
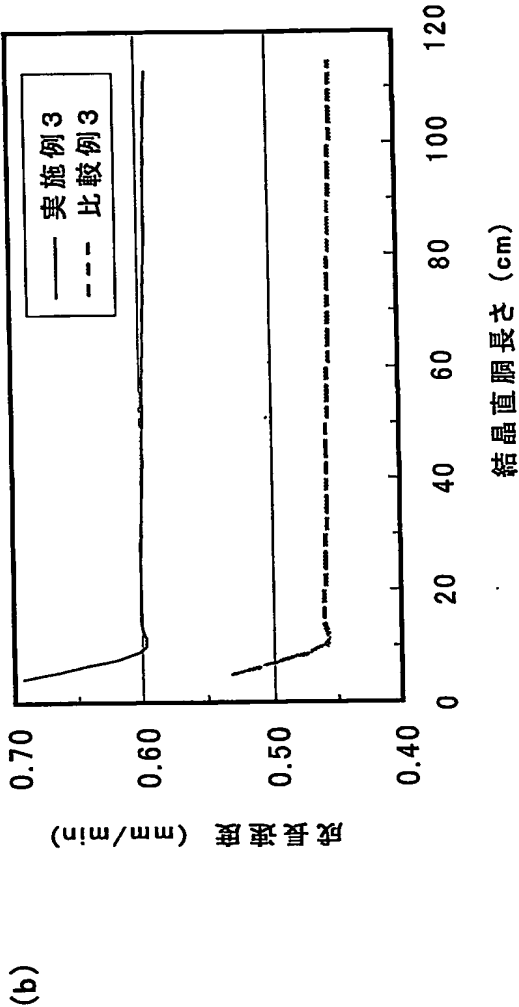
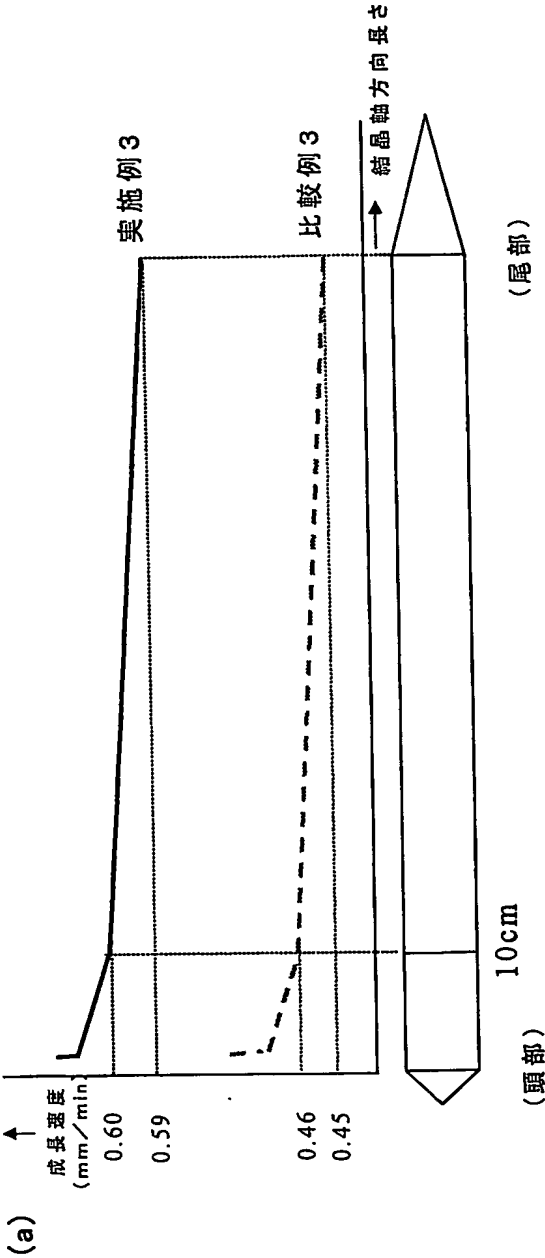
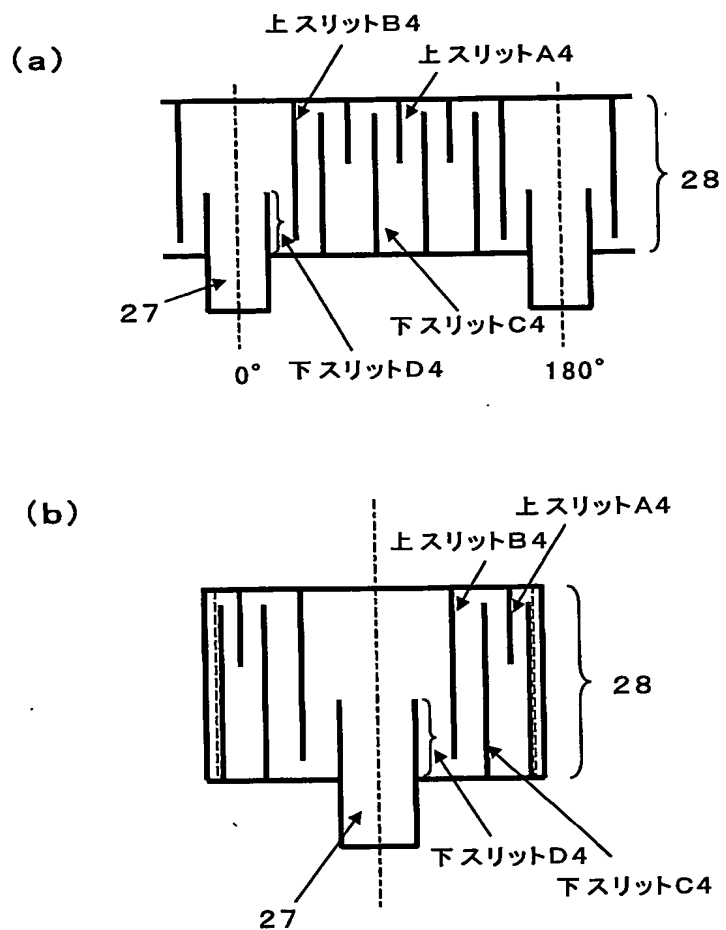


図 1 3



14 / 20

図 14



15 / 20

図 15

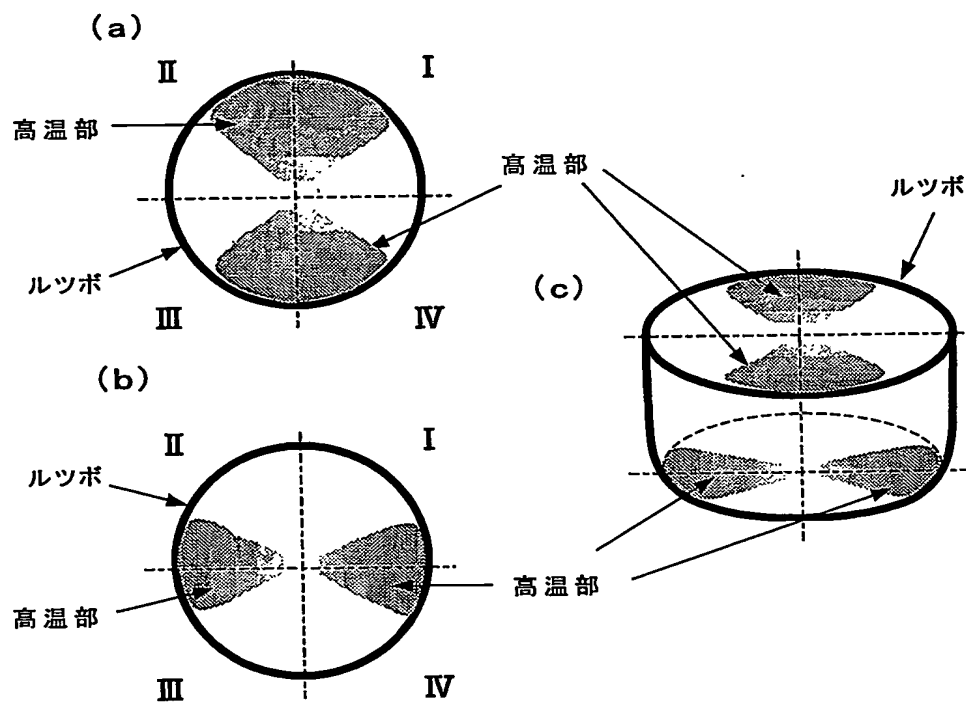


図 16

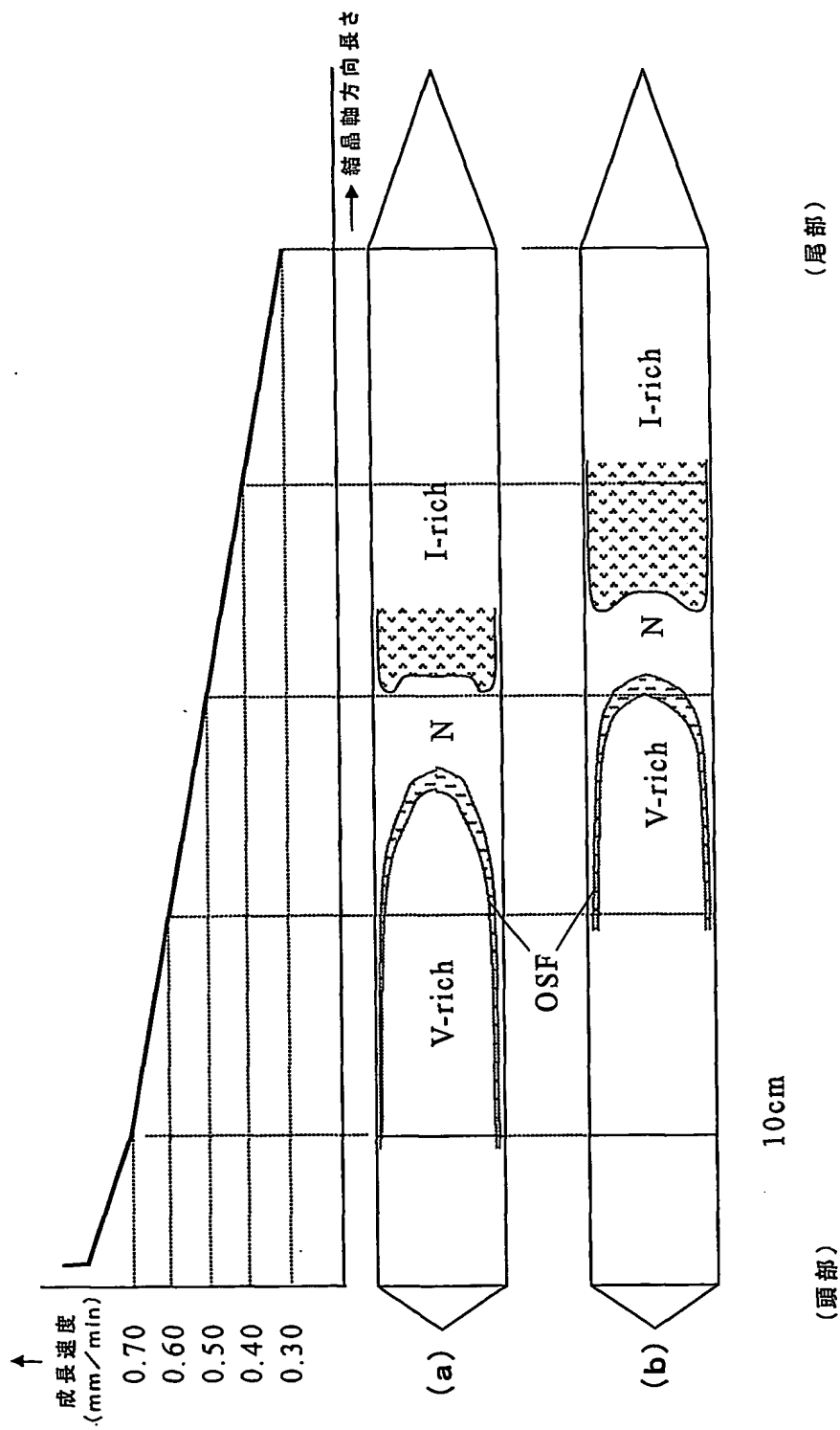


図 17

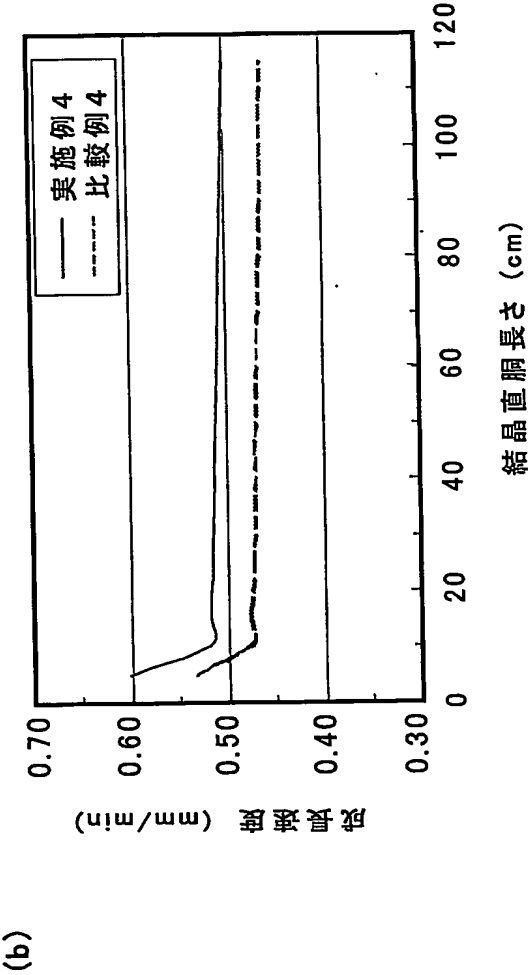
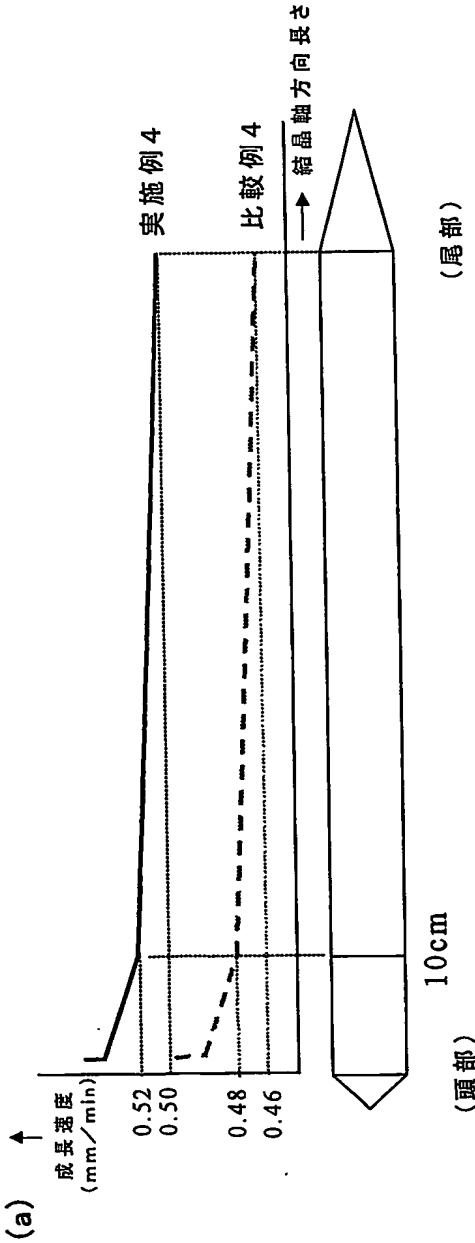
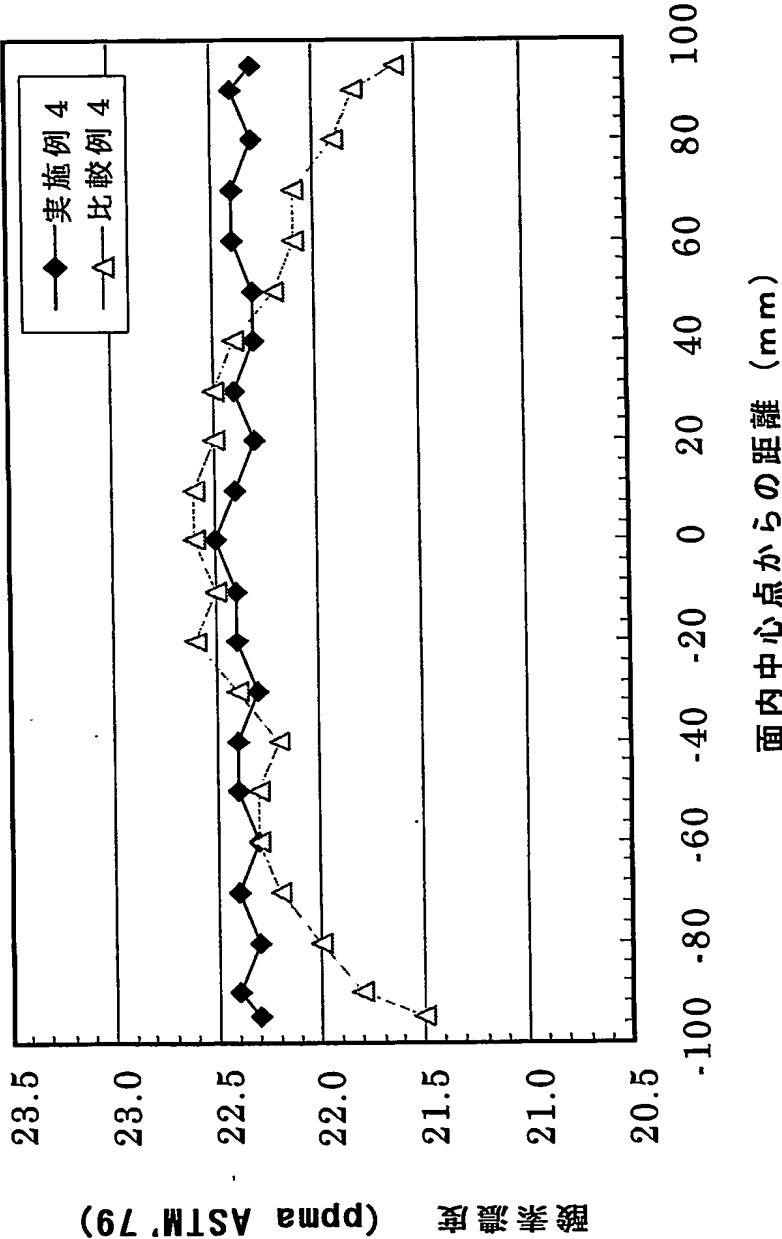
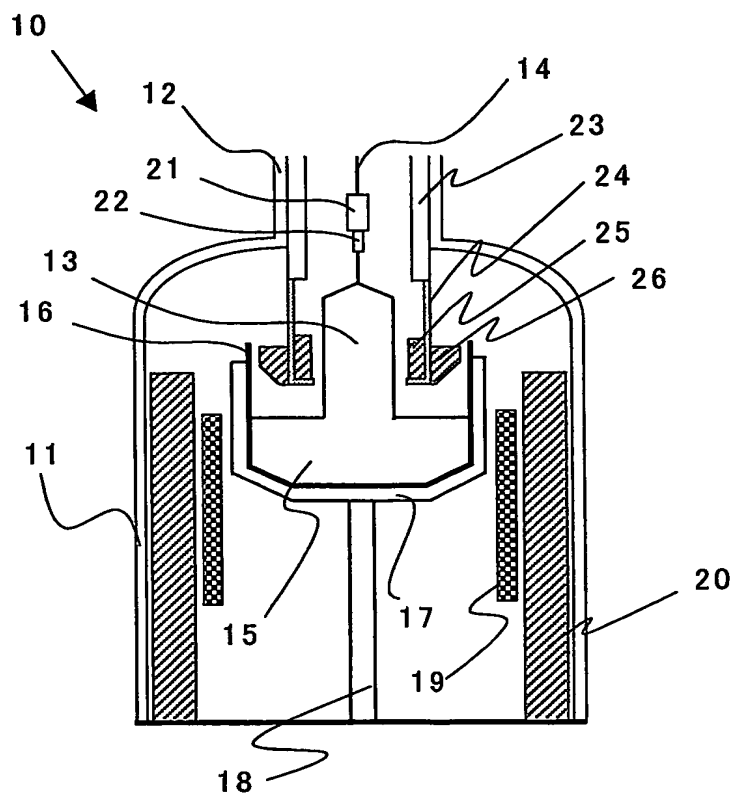


図 18



19 / 20

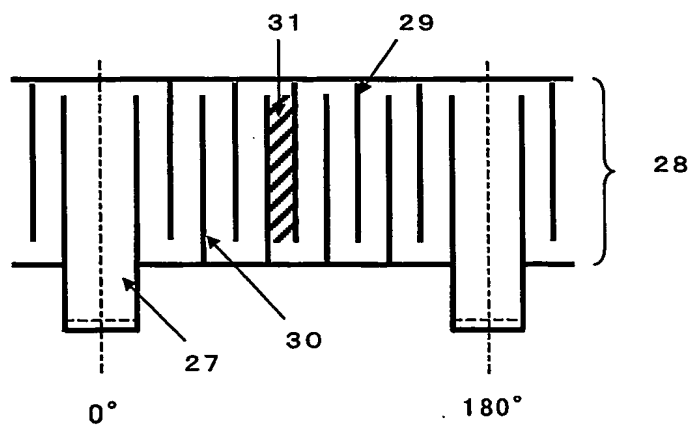
図 19



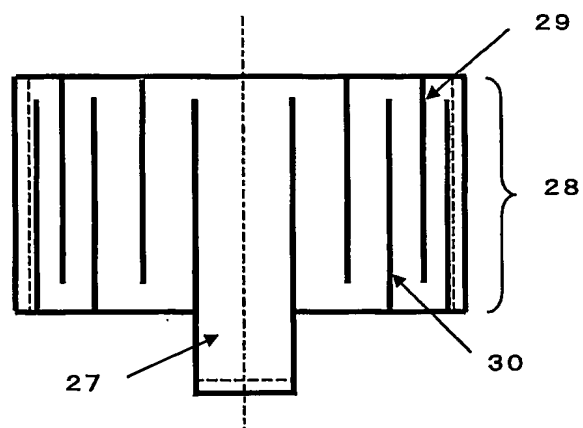
20 / 20

図 20

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP03/15655

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C30B15/14, C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2003
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2003

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 9-227286 A (Komatsu Electronic Metals Co., Ltd.), 02 September, 1997 (02.09.97), Fig. 2 & US 5766347 A	1-40
A	JP 5-43385 A (Toshiba Ceramics Co., Ltd.), 23 February, 1993 (23.02.93), Fig. 4 (Family: none)	1-40

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier document but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search
25 December, 2003 (25.12.03)

Date of mailing of the international search report
20 January, 2004 (20.01.04)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C30B15/14, C30B29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int. Cl. ⁷ C30B1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2003年
日本国実用新案登録公報	1996-2003年
日本国登録実用新案公報	1994-2003年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
A	JP 9-227286 A (コマツ電子金属株式会社) 1997. 09. 02, 図2 & US 5766347 A	1-40
A	JP 5-43385 A (東芝セラミックス株式会社) 1993. 02. 23, 図4 (ファミリーなし)	1-40

☐ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

25. 12. 03

国際調査報告の発送日

20. 1. 2004

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

五十棲 毅



4G

9440

電話番号 03-3581-1101 内線 3416